



SKRIPSI-TK141581

**EKSTRAKSI γ -ORYZANOL DARI RICE BRAN
OIL-BASED BIODIESEL MENGGUNAKAN
DEEP EUTECTIC SOLVENT**

Oleh :

Dian Aprilia Ratnasari

NRP. 2314105020

Sunaring Chadijah Lustiyani

NRP. 2314105028

Dosen Pembimbing :

Prof. Dr. Ir. H. M. Rachimoellah, Dipl. EST

NIP. 1949 11 17 1976 12 1001

Siti Zullaikah, ST, MT, Ph.D

NIP. 1978 07 16 2008 12 2002

**JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2016**



FINAL PROJECT-TK141581

**EXTRACTION OF γ - ORYZANOL FROM
RICE BRAN OIL-BASED BIODIESEL
USING DEEP EUTETIC SOLVENT**

Students Name :

Dian Aprilia Ratnasari

NRP. 2314 105 020

Sunaring Chadijah Lustiyani

NRP. 2314 105 028

Advisors :

Prof. Dr. Ir. H.M. Rachimoellah, Dipl. EST

NIP. 1949 11 17 1976 121001

Siti Zullaikah, ST, MT, Ph.D

NIP. 1978 07 16 2008 12 2002

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF
TECHNOLOGY
SURABAYA 2016**

LEMBAR PENGESAHAN

EKSTRAKSI γ -ORYZANOL DARI RICE BRAN OIL-BASED BIODIESEL MENGGUNAKAN DEEP EUTECTIC SOLVENT

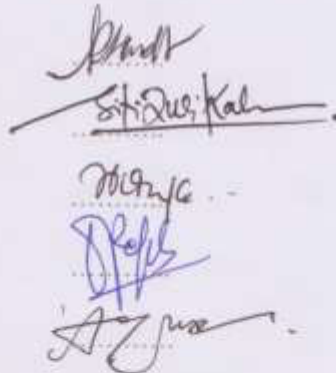
Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik Pada Program Studi S-1 Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Dian Aprilia Ratnasari (2314 105 020)
Sunaring Chadijah Lustiyani (2314 105 028)

Disetujui oleh tim penguji tugas akhir :

1. Prof.Dr.Ir.H.M.Rachimoellah, Dipl. EST
(Pembimbing 1)
2. Siti Zullaikah, ST, MT, Ph.D
(Pembimbing 2)
3. Dr.Widiyastuti, ST, MT
(Penguji 1)
4. Orchidea Rachmania, ST, MT
(Penguji 2)
5. Dr.Eng Raden Darmawan, ST, MT
(Penguji 3)



Surabaya, 16 Januari 2017

EKSTRAKSI γ -ORYZANOL DARI RICE BRAN OIL-BASED BIODIESEL MENGGUNAKAN DEEP EUTECTIC SOLVENT

Nama / NRP : 1. Dian Aprilia Ratnasari (2314 105 020)
2. Sunaring Chadijah L (2314 105 028)
Jurusan : Teknik Kimia FTI-ITS
Dosen Pembimbing : 1. Prof.Dr.Ir.H.M.Rachimoellah, Dipl. EST
2. Siti Zullaikah, S.T, M.T, Ph.D

Abstrak

Oryzanol sangat menjanjikan untuk dikembangkan karena manfaatnya sebagai antioksidan. Oryzanol mempunyai banyak aktivitas biologis (anti kolesterol, perlindungan kulit dari radiasi sinar matahari) yang menjadikan oryzanol sebagai salah satu bahan baku yang baik untuk farmasi dan makanan. Metode yang telah dikembangkan dalam pemurnian dan isolasi oryzanol adalah *Supercritical fluid extraction* (SFE). Namun penggunaan SFE mempunyai kendala seperti laju alir dan tekanan yang fluktuatif menyebabkan hasil yang bervariasi, peralatan dan pemasangan yang mahal. Ekstraksi oryzanol dari *biodiesel* menggunakan DES belum pernah dilaporkan. Pada penelitian ini dilakukan dengan metode *liquid-liquid extraction* menggunakan pelarut DES.

Crude biodiesel diekstraksi dengan metode *liquid-liquid extraction* (LLE) menggunakan pelarut DES. DES yang telah disintesis ditambahkan ke dalam biodiesel dengan perbandingan molar rasio biodiesel/DES 1:2. Waktu ekstraksi selama 15, 30, 45, 60, 120, 240, dan 480 menit dengan variasi suhu ekstraksi 15°C, 20°C, 25°C, dan 30 °C. Setelah waktu ekstraksi selesai, sampel didiamkan selama 2 jam hingga terbentuk lapisan atas dan lapisan bawah, kemudian lapisan atas (*biodiesel*) dipisahkan dari lapisan bawah (DES) dengan menggunakan *separator funnel*. Setelah tahap Ekstraksi biodiesel dengan menggunakan larutan *deep eutectic solvent* akan terbentuk 2 lapisan. Dimana lapisan atas adalah *biodiesel* yang lebih murni sedangkan lapisan bawah adalah larutan DES beserta komponen terikut lainnya seperti γ -oryzanol. Oryzanol pada lapisan bawah dipisahkan dengan penambahan acetone. Oryzanol akan larut dalam acetone. Sampel didiamkan selama 2 jam hingga terbentuk lapisan atas dan lapisan bawah, kemudian lapisan atas (Acetone) dan lapisan bawah (DES) dipisahkan dengan menggunakan *separator funnel*. Lapisan Atas kemudian dievaporator sesuai setting boiling point acetone untuk memisahkan acetone dan Oryzanol. Oryzanol yang didapatkan kemudian dianalisa menggunakan spektrofotometri.

Analisa spektrofotometri sebagai uji kuantitatif menunjukkan hasil terbaik ekstraksi pada suhu 30°C selama 480 menit dengan % yield total sebesar 60,597%. Pada perhitungan % yield oryzanol tiap tahap hasil terbesar juga didapatkan pada kondisi ekstraksi suhu 30°C selama 480 menit, yaitu tahap 1 sebesar 98,234%, tahap 2 sebesar 97,657%. dan tahap 3 sebesar 22,422 %. Analisa *FTIR* (*Fourier Transform Infrared*) dan *Thin Layer Chromatography* (TLC) yang dilakukan untuk uji kualitatif pada hasil terbaik tersebut membuktikan adanya oryzanol pada biodiesel, Oryzanol hasil ekstraksi dan DES pada hasil ekstraksi 480 menit suhu 30°C.

Kata kunci: oryzanol; *biodiesel*; *deep eutectic solvent*

EXTRACTION OF γ - ORYZANOL FROM RICE BRAN OIL-BASED BIODIESEL USING DEEP EUTETIC SOLVENT

Name / NRP : 1. Dian Aprilia Ratnasari (2314 105 020)

2. Sunaring Chadijah L (2314 105 028)

Department : Teknik Kimia FTI-ITS

Advisor : 1. Prof. Dr. Ir. H. M. Rachimoellah, Dipl. EST

2. Siti Zullaikah, S.T, M.T, Ph.D

Abstract

Oryzanol are promising for development because of its benefits as an antioxidant. Oryzanol has many biological activity (anti-cholesterol, skin protection from sun radiation), which makes oryzanol as one of the good raw materials for pharmaceuticals and food. The method has been developed in the purification and isolation oryzanol is Supercritical fluid extraction (SFE). However, the use of SFE have constraints such as flow rate and pressure fluctuating cause varying results, equipment and installation is expensive. Oryzanol extraction of biodiesel using DES has not been reported. In this study conducted by liquid-liquid extraction method using a solvent DES.

Crude biodiesel is extracted by the method of liquid-liquid extraction (LLE) using DES solvent. DES that have been added to the biodiesel synthesized with molar ratio ratio of biodiesel / DES 1: 2. The extraction time for 15, 30, 45, 60, 120, 240, and 480 minutes with the temperature variation extraction of 15°C, 20°C, 25°C and 30 °C. After the extraction time is completed, the sample allowed to stand for 2 hours to form the top layer and bottom layer, then the top layer (biodiesel) is separated from the lower layer (DES) using a separator funnel. After the extraction stage biodiesel using deep eutectic solvent solution will form two layers. Wherein the top layer is a more pure biodiesel, while the bottom layer is a solution of DES along with other entrained components such as γ -oryzanol. Oryzanol on the bottom layer separated by the addition of acetone. Oryzanol will be soluble in acetone. Samples were allowed to stand for 2 hours to form the top layer and bottom layer, then the top layer (Aceton) and the bottom layer (DES) are separated using a separator funnel. Top layer then di evaporator appropriate setting boiling point of acetone to separate acetone and oryzanol. Oryzanol obtained is then analyzed using spectrophotometry.

Analysis spectrophotometric as quantitative test showed the best results of extraction at 30 ° C for 480 minute with% total yield of 60,597%. In the calculation of each stage oryzanol% yield the greatest results are also obtained in the extraction conditions 30 ° C for 480 minute, which is phase 1 of 98,234%, 97,657 % of phase 2 and phase 3 amounted to 22,422%. Analysis of FTIR (Fourier Transform Infrared) and Thin Layer Chromatography (TLC) were carried out to test the qualitative at best result in biodiesel prove their oryzanol, oryzanol extraction and DES at the extracted 480 minute at 30°C.

Keywords: oryzanol; biodiesel; deep eutectic solvent

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena berkat dan rahmat karunia-Nya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan skripsi yang berjudul:

**“ EKSTRAKSI γ -ORYZANOL DARI *RICE BRAN OIL*- BASED *BIODIESEL*
MENGUNAKAN *DEEP EUTECTIC SOLVENT*”**

Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan studi strata satu (S1) di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis berharap semoga skripsi ini dapat memenuhi harapan dan bermanfaat bagi pengembangan penelitian. Dalam kesempatan ini tidak lupa Penulis ucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada :

1. Bapak Juwari, S.T., M.T., M.Eng, selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. M. Rachimoellah, Dipl. EST selaku Kepala Laboratorium Biomassa dan Konversi Energi jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dan pembimbing 1.
3. Ibu Siti Zullaikah, S.T., M.T., Ph.D selaku dosen pembimbing 2 yang telah memberikan banyak masukan dan saran selama pengerjaan proposal skripsi ini.
4. Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T, M.T. selaku Koordinator Tugas Akhir dan Skripsi Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya yang telah memberikan ilmunya kepada penulis.
6. Seluruh Civitas Akademika Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya yang telah memberikan dukungan moril kepada penulis.
7. Orang tua serta saudara-saudara kami, atas doa, bimbingan, perhatian, serta kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
8. Keluarga Besar Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, khususnya teman-teman di Laboratorium Biomassa dan Konversi Energi, Jurusan Teknik Kimia,

Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya atas semua dukungan, semangat, serta kerjasamanya

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih belum sempurna, oleh karena itu kritik dan saran dari berbagai pihak sangat diharapkan demi perbaikan penelitian dan mutu penulisan selanjutnya. Terimakasih.

Surabaya, 16 Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
BAB I PENDAHULUAN	I-1
I.1 Latar Belakang	I-1
I.2 Perumusan Masalah	I-3
I.3 Batasan Masalah	I-3
I.4 Tujuan Penelitian	I-4
I.5 Manfaat Penelitian	I-4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	II-1
II.1 Oryzanol	II-1
II.2 Ekstraksi Oryzanol.....	II-2
II.2.1 Solid-Liquid Extraction (SLE)	II-3
II.2.2 Liquid-Liquid Extraction (LLE)	II-4
II.3 Deep Eutectic Solvent	II-6
II.4 Viskositas dan Konduktivitas pada DES	II-8
II.5 Karakteristik DES dari Choline Chloride dan Etilen Glikol	II-9
II.6 Penelitian Terdahulu	II-10
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	III-1
III.1 Tempat dan Waktu Penelitian	III-1
III.2 Bahan Baku	III-1
III.3 Variabel Penelitian	III-2
III.4 Prosedur Penelitian	III-2
III.5 Analisa	III-3
III.6 Diagram Alir Penelitian	III-6
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	IV-1

IV.1 Pembuatan Biodiesel Dari RBO	IV-1
IV.2 Hasil Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan <i>Deep Eutectic Solvent</i> ..	IV-4
BAB V KESIMPULAN	V-1
DAFTAR PUSTAKA	xii
APPENDIKS A	

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Struktur utama γ -oryzanol	II-1
Gambar II.2	Garam amonium kuartener dengan <i>complexing agent</i>	II-7
Gambar II.3	Ilustrasi dari jarak interatomic	II-9
Gambar III.1	Alur Proses Penelitian	III-3
Gambar III.6.1	Diagram Alir Penelitian Secara Keseluruhan	III-6
Gambar III.6.2	Proses pembuatan <i>rice bran oil</i> dengan metode ekstraksi.....	III-6
Gambar III.6.3	Proses pembuatan <i>crude</i> biodiesel dengan metode <i>acid catalyzed methanolysis</i>	III-7
Gambar III.6.4	Tahap Pembuatan DES	III-8
Gambar III.6.5	Diagram Alir Ekstraksi γ -Oryzanol Crude Biodiesel	III-9
Gambar III.6.6	Diagram Alir Tahap 1 γ -Oryzanol	III-10
Gambar III.6.7	Diagram Alir Tahap 2 γ -Oryzanol	III-10
Gambar III.6.8	Diagram Alir Tahap 3 γ -Oryzanol	III-10
Gambar IV.1	Uji Pertama <i>Crude</i> Biodiesel Menggunakan GC	IV-2
Gambar IV.2	Uji Kedua <i>Crude</i> Biodiesel Menggunakan GC	IV-3
Gambar IV.3	DES dengan perbandingan molar ras	IV-4
Gambar IV.4	Konsentrasi γ -oryzanol di Upper Layer	IV-5
Gambar IV.5	Konsentrasi γ -oryzanol di Bottom Layer	IV-7
Gambar IV.6	% Yield Total γ -oryzanol Pada Produk	IV-9
Gambar IV.7	Diagram Alir Tahap 1	IV-9
Gambar IV.8	% Yield Oryzanol Tahap 1	IV-11
Gambar IV.9	Diagram Alir Tahap 2.....	IV-11
Gambar IV.10	% Yield Oryzanol Tahap 2	IV-13
Gambar IV.12	% Yield Oryzanol Tahap 3	IV-15
Gambar IV.13	Hasil Uji <i>Thin Layer Chromatography</i> (TLC) pada γ -oryzanol standart, biodiesel, DES dan γ -oryzanol hasil ekstraksi	IV-24
Gambar IV.14	Diagram Korelasi Pembacaan <i>FTIR</i>	IV-25
Gambar IV.15	Hasil <i>FTIR</i> (<i>Fourier Transform Infrared</i>) Biodiesel, DES, dan γ -Oryzanol hasil Ekstraksi suhu 30°C dengan waktu Ekstraksi selama 480 menit	IV-26

DAFTAR TABEL

Tabel II.1	Viskositas dan konduktivitas dari beberapa DES.....	II-8
Tabel III.1	Data Ukuran Sampel dan Konsentrasi <i>Reagen</i> yang Digunakan dalam Metode Perhitungan FFA Termodifikasi.....	III-3
Tabel IV.1	Hasil Uji Pertama Crude Biodiesel Menggunakan GC (<i>gas chromatography</i>)	IV-2
Tabel IV.2	Hasil Uji Kedua <i>Crude</i> Biodiesel Menggunakan GC.....	IV-3
Tabel IV.3	Hasil Uji Konsentrasi γ -oryzanol Menggunakan Spektrofotometri pada Upper Layer/Biodiesel.....	IV-4
Tabel IV.4	Hasil Uji Konsentrasi γ -oryzanol Menggunakan Spektrofotometri pada Produk Kaya Akan Oryzanol.....	IV-6
Tabel IV.5	% Yield γ -oryzanol total pada produk kaya akan oryzanol	IV-7
Tabel IV.6	% Yield γ -oryzanol Tahap 1.....	IV-10
Tabel IV.6	% Yield γ -oryzanol Tahap 2.....	IV-12
Tabel IV.7	% Yield γ -oryzanol Tahap 3.....	IV-14
Tabel IV.8	Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 30°C	IV-15
Tabel IV.9	Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 30 °C	IV-16
Tabel IV.10	Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 30°C	IV-17
Tabel IV.11	Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 25°C	IV-17
Tabel IV.12	Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 25°C	IV-18
Tabel IV.13	Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 25°C	IV-19
Tabel IV.14	Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 20°C	IV-19
Tabel IV.15	Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 20°C	IV-20
Tabel IV.16	Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 20°C	IV-21
Tabel IV.17	Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 15°C	IV-21
Tabel IV.18	Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 15°C	IV-22
Tabel IV.19	Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 15°C	IV-23

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Gamma oryzanol (γ -*oryzanol*) adalah campuran dari *ferulates phytosteryl* pada minyak dedak padi (Scavariello dan Arellano, 1998). Xu dan Godber (1999) menemukan bahwa 24-metilen *cycloartanyl ferulate*, *cycloartanyl ferulate*, *campesteryl ferulate*, *beta-sitosteryl ferulate* dan *campestanyl ferulate* yang telah diidentifikasi sebagai komponen utama dan ditemukan memiliki aktivitas antioksidan 10 kali lebih besar dari pada *tokoferol* dan *tokotrienol* yang merupakan komponen utama dari vitamin E. Oryzanol dapat terdegradasi pada laju yang rendah dari pada α -*tochoperol* pada suhu yang tinggi, sehingga oryzanol merupakan antioksidan yang menjanjikan untuk diaplikasikan pada suhu tinggi (Ju dan Zullaikah, 2013). Ishihara dan Ito (1982) melaporkan bahwa γ -oryzanol selain bermanfaat dalam pengobatan gejala *menopause*, juga bermanfaat dalam menurunkan kolesterol dalam darah, liver serta bermanfaat melawan radikal bebas (Nakayama dkk, 1987).

Biodiesel adalah bahan bakar terbarui, *biodegradable*, dan tak beracun yang dibuat dari minyak atau lemak melalui reaksi transesterifikasi dengan alkohol. Penggunaan bahan baku *non-edible*, *low grade oil*, berharga murah disertai *by product recovery* bernilai ekonomis diperlukan guna menurunkan biaya produksi. Pemilihan bahan baku biodiesel dari minyak dedak padi didasari dengan minyak dedak padi ber kandungan asam lemak yang tinggi sebagai minyak *low-grade*, murah, dan *non edible* disertai *recovery* dan purifikasi senyawa-senyawa bioaktif didalamnya merupakan bahan utama untuk menurunkan biaya produksi (Orchidea dkk, 2014). Pemilihan bahan baku biodiesel dari minyak dedak padi juga didasari karena minyak dedak padi memiliki kandungan nutrisi yang tinggi, berbagai macam asam lemak, senyawa-senyawa biologis aktif dan senyawa-senyawa *antioxidant* seperti : γ -*oryzanol*, *tocoperol*, *tocotrienol*, *phytosterol*, *polyphenol*, dan *squalene* (Goffman dkk, 2003). Kandungan minyak dari dedak padi sebesar 15-20%, dengan kadar *free fatty acid* (FFA) sebesar 44,56% (Ju dan Siti, 2013; Nasir dkk, 2009). *Crude* biodiesel dari dedak padi akan mengandung produk samping yang disebut dengan *biodiesel residue* terdiri dari FFA, monogliserida (MG), digliserida (DG), trigliserida (TG) dan senyawa antioksidan

seperti oryzanol, tocopherols, tocotrienols phytosterol, polyphenols dan squalene (Ju dan Vali, 2005; Kasim dkk, 2007).

Deep eutetic solvent adalah pelarut generasi baru yang terbentuk dari campuran garam amonium kuarterner dengan *hydrogen bond donor* (HBD). DES dibandingkan pelarut organik tradisional, memiliki kelebihan karena tidak bersifat volatil dan tidak mudah terbakar, sehingga penyimpanan lebih mudah. DES memiliki titik leleh yang lebih rendah dibandingkan masing-masing komponen penyusunnya. DES bersifat polar sehingga dapat digunakan untuk memisahkan biodiesel dari seperti FFA, trigliserida, monogliserida dan digliserida yang bersifat non polar. DES dapat melarutkan air, namun tidak dapat melarutkan biodiesel (Zhang dkk, 2012). Polaritas DES berbeda-beda pada molar rasio komponen yang berbeda-beda (Abbott dkk, 2011). Shahbaz dkk (2011) menggunakan DES dari methyl triphenyl phosphonium bromide dengan HBD gliserol, etilen glikol dan trietilen glikol untuk menghilangkan gliserol dari biodiesel berbahan baku minyak kelapa sawit. Dari penelitian ini diketahui bahwa gliserol sebagai HBD tidak dapat menurunkan kandungan trigliserida (TG), digliserida (DG) dan monogliserida (MG) dalam biodiesel. Sementara etilen glikol dan trietilen glikol berhasil menurunkan kandungan TG, DG dan MG, dimana nilai FFA yang cukup tinggi. Total gliserol berhasil diturunkan hingga memenuhi standar ASTM. Meskipun telah banyak penelitian tentang aplikasi dari *deep eutetic solvent*, namun penggunaan teknologi ini terfokus pada pemurnian biodiesel saja, bukan zat yang berhasil diekstrak dari *crude biodiesel* itu sendiri.

Metode yang telah dikembangkan dalam pemurnian dan isolasi oryzanol, diantaranya ekstraksi *solid-liquid* ekstraksi (SLE), *liquid-liquid* (LLE), kristalisasi dan *silica-based chromatography* seperti HPLC. Metode ekstraksi *solid-liquid* (*leaching*) merupakan metode pemisahan dan pemurnian yang paling sederhana dalam ekstraksi oryzanol. Metode yang telah dikembangkan dalam pemurnian dan isolasi oryzanol adalah Supercritical fluid extraction (SFE). Namun penggunaan SFE mempunyai kendala seperti laju alir dan tekanan yang fluktuatif menyebabkan hasil yang bervariasi, peralatan dan pemasangan yang mahal (Narayan, 2006). Ekstraksi oryzanol dari *biodiesel* menggunakan DES belum pernah dilaporkan. Sehingga pada penelitian ini dilakukan dengan metode *liquid-liquid extraction* menggunakan pelarut DES. DES yang digunakan adalah DES berbasis CHCl sebagai garam ammonium kuarterner dan etilen

glikol sebagai HBD. Kolin klorida dipilih karena murah, *biodegradable* dan tidak bersifat toksik. Pemilihan etilen glikol sebagai HBD berdasarkan beberapa penelitian sebelumnya bahwa *freezing point* DES dengan HBD etilen glikol berada pada suhu dibawah 25°C, memiliki *melting point* yang rendah, serta viskositas yang kecil pada suhu ruang dibandingkan DES dari HBD lainnya pada molar rasio 1:2 (Zhang dkk, 2012). HBD ini efisien untuk menghilangkan *impurities* yang bersifat polar dari biodiesel dan juga dapat melarutkan lipid dengan baik. Dengan terjadinya pembentukan biodiesel sehingga kandungan FFA menurun drastis.

I.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian ini digunakan *deep eutectic solvent* sebagai pelarut untuk mengekstrak oryzanol dari *biodiesel* minyak dedak padi. Sifat kelarutan γ -oryzanol dengan larutan DES didasarkan pada ikatan senyawanya. γ -oryzanol mengandung senyawa OH, dimana senyawa ini akan terikut ke dalam larutan DES. Pengaruh pada proses ekstraksi oryzanol yaitu waktu ekstraksi, suhu ekstraksi, perbandingan pelarut yang digunakan, dan komponen-komponen yang ada di dalam bahan baku.

I.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Varietas padi yang digunakan adalah dedak padi dari jenis IR 64, diambil dari Banyuwangi kemudian disimpan dalam lemari pendingin pada suhu di bawah 20 °C untuk mengurangi laju hidrolisa lemak membentuk FFA dalam dedak.
2. Pembuatan biodiesel menggunakan metode *acid-catalyzed methanolysis* dengan suhu 60°C, waktu reaksi 8 jam, rasio *rice brain oil*/metanol adalah 1:10 dan katalis asam sulfat 2 %wt.
3. Temperatur operasi untuk proses pembuatan *deep eutectic solvent* adalah 60°C dengan pengadukan 300 rpm (Shahbaz dkk, 2010).
4. Kecepatan pengaduk saat ekstraksi adalah 200 rpm (Shahbaz dkk, 2010).
5. Pelarut yang digunakan untuk pemurnian biodiesel adalah *deep eutectic solvent* dengan rasio molar antara CHCl : etilen glikol (1:2).

I.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui pengaruh waktu ekstraksi terhadap *yield* oryzanol yang dihasilkan.
2. Untuk mengetahui pengaruh suhu ekstraksi terhadap *yield* oryzanol yang dihasilkan.

I.5 Manfaat Penelitian

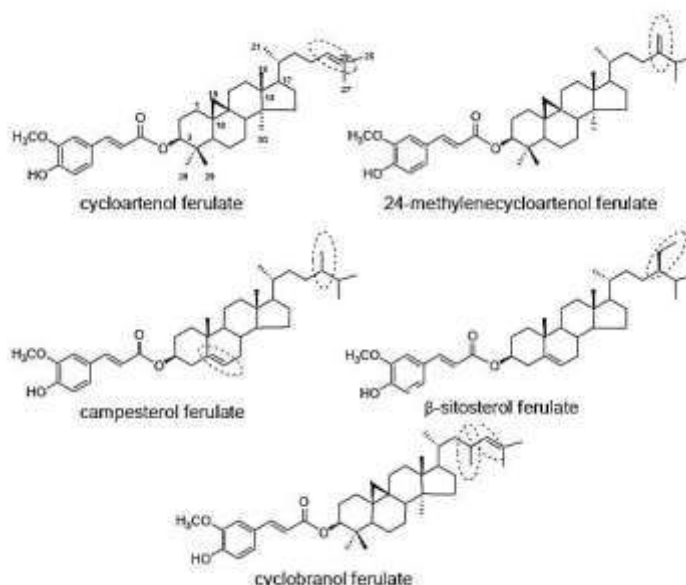
Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi metode yang efektif untuk mendapatkan % *yield* oryzanol yang optimum, biaya produksi yang rendah dan mudah untuk diterapkan pada skala industri serta mampu meningkatkan stabilitas harga produk farmasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Oryzanol

Steryl ferulat pertama kali ditemukan dalam RBO pada tahun 1954 oleh Kaneko dan Tsuchiya, substansi ini sukses diaplikasikan sebagai vitamin. Substansi ini diisolasi dari RBO (*Oryza Sativa L.*) dan mengandung gugus hidroksil maka substansi ini disebut oryzanol. γ -oryzanol mempunyai aktivitas yang tinggi sebagai antioksidan, bahkan empat kali lebih efektif menghentikan oksidasi dalam jaringan tubuh dibanding vitamin E (Patel dkk, 2004). Hal ini disebabkan karena γ -oryzanol mengandung asam ferulat yang merupakan antioksidan asam penolik. Ketiga komponen utama γ oryzanol mempunyai aktivitas antioksidan lebih tinggi dibanding empat komponen vitamin E (α - dan γ -tokoferol serta α dan γ -tokotrienol). γ -oryzanol didalam RBO secara umum terdiri campuran minimal 10 phytosteryl ferulates. Menurut Xu dkk (2001), komponen γ -oryzanol yang mempunyai aktivitas antioksidan paling tinggi adalah 24-methylene cycloartenyl ferulate. Struktur molekular dari dari *trans-ferulate* dari lima *phytosterol* ditunjukkan pada gambar berikut :



Gambar II.1 Struktur beberapa senyawa γ -oryzanol

Oryzanol mempunyai sifat unik yaitu bisa mengurangi kolesterol jahat (LDL) dan trigliserida tanpa mengurangi kolesterol baik (HDL) (Gosh, 2007). Oryzanol mempunyai banyak aktivitas biologis (anti kolesterol, perlindungan kulit dari radiasi sinar matahari) yang menjadikan oryzanol menjadi salah satu bahan baku yang baik untuk farmasi, dan makanan (Juliano dkk, 2005). Oryzanol mempunyai sifat sebagai pengemulsi yang baik dan pengadsorb sinar UV, maka oryzanol dijadikan sebagai salah satu bahan aktif beberapa produk kosmetik seperti krim kulit, krim matahari, dan sabun kecantikan (Graf, 1992).

Oryzanol juga meningkatkan pelepasan *endorphin* (pelepasan rasa sakit), membantu pertumbuhan, melancarkan sirkulasi darah, menstimulasi sekresi hormon, dan meningkatkan pertumbuhan jaringan otot selama proses pembakaran lemak dalam tubuh. Selain itu, oryzanol juga mampu melancarkan peredaran darah, mempercepat metabolisme, dan sebagai antibiotik serta anti bakteri. Senyawa ini juga telah dilaporkan baik untuk penyakit saraf otonom. Penambahan senyawa oryzanol pada formula makanan dapat bermanfaat bagi kalangan orang – orang yang mempunyai aktivitas dinamik seperti atlet. Selain itu, oryzanol juga digunakan sebagai suplemen penambah konsentrasi, dan memperkuat sistem kesetimbangan tubuh.

II.2 Ekstraksi Oryzanol

Ekstraksi adalah pemisahan suatu zat dari campurannya dengan pembagian sebuah zat terlarut antara dua pelarut yang tidak dapat tercampur untuk mengambil zat terlarut tersebut dari satu pelarut ke pelarut yang lain. Ekstraksi bertujuan untuk melarutkan senyawa-senyawa yang terdapat dalam jaringan tanaman ke dalam pelarut yang dipakai untuk proses ekstraksi tersebut.

Pada pemurnian oryzanol ada beberapa metode yang telah dikembangkan dalam isolasi oryzanol, diantaranya ekstraksi solid-liquid (*leaching*), ekstraksi *liquid-liquid* (LLE), dan kristalisasi atau presipitasi. Beberapa hal yang dapat dijadikan pertimbangan dalam memilih pelarut sebagai proses ekstraksi antara lain:

- Selektivitas pelarut

Pelarut hanya dapat melarutkan ekstrak yang diinginkan, bukan komponen lainnya dari bahan yang diekstrak.

- Kelarutan

Pelarut harus mempunyai kemampuan untuk melarutkan *solute* sesempurna mungkin. Kelarutan *solute* terhadap pelarut yang tinggi akan mengurangi jumlah penggunaan pelarut.

- Kerapatan

Perbedaan kerapatan yang besar antara *solvent* dan *solute* akan memudahkan pemisahan keduanya.

- Titik Didih

Pada proses ekstraksi biasanya pelarut dan *solute* dipisahkan dengan cara penguapan dan distilasi. Oleh karena itu, titik didih kedua bahan tidak boleh terlalu dekat. Dari segi ekonomi akan menguntungkan bila titik didih pelarut tidak terlalu tinggi.

- Viskositas Pelarut

Pelarut harus mampu berdifusi ke dalam maupun ke luar dari padatan agar bisa mengalami kontak dengan seluruh *solute*. Oleh karena itu, viskositas pelarut harus rendah agar dapat masuk dan keluar dengan mudah dari padatan.

II.2.1 *Solid-Liquid Extraction* (SLE)

Ekstraksi *solid-liquid* (*leaching*) merupakan metode pemisahan dan pemurnian yang paling sederhana. Prinsip ekstraksi *solid-liquid* yaitu pada kelarutan senyawa dari padatan, terdapat senyawa inert dan senyawa aktif yang diambil oleh pelarut. Ekstrak dapat berupa padatan atau cairan, misalnya minyak dalam biji minyak atau dispersi padatan seperti *caffeine* dalam kopi. Proses ekstraksi *solid-liquid* termasuk tahap persiapan material yang akan diekstrak, pemisahan dan *recovery* pelarut dari ekstrak ataupun residu (Gamse, 2010). Pada ekstraksi padat cair, satu atau beberapa komponen yang dapat larut dipisahkan dari bahan padat dengan bahan pelarut. Pada ekstraksi yaitu pada bahan ekstraksi dicampur dengan pelarut, maka pelarut menembus kapiler-kapiler dalam bahan padat dan melarutkan ekstrak. Larutan ekstrak dengan konsentrasi yang tinggi terbentuk dibagian dalam

bahan ekstraksi. Dengan cara difusi akan terjadi kesetimbangan konsentrasi anantara larutan tersebut dengan larutan luar bahan padat. Dalam ekstraksi padat cair, larutan yang mengandung komponen yang digunakan harus bersifat tak campur dengan cairan lainnya. Proses ini banyak digunakan dalam pemisahan minyak dari bahan yang mengandung minyak (Ibrahim.2009). Proses ini merupakan ekstraksi komponen terlarut dari fase padat terlarut dengan menggunakan pelarut yang cocok.

Syarat-syarat yang harus dipenuhi untuk mencapai kecepatan ekstraksi yang tinggi pada ekstraksi padat-cair, yaitu:

- a. Perpindahan massa berlangsung pada bidang kontak antara fase padat dan fase cair, maka bahan itu perlu sekali memiliki permukaan yang seluas mungkin.
- b. Kecepatan alir pelarut sedapat mungkin lebih besar dibandingkan dengan laju alir bahan ekstraksi.
- c. Suhu yang lebih tinggi (viskositas pelarut lebih rendah, kelarutan ekstrak lebih besar) pada umumnya menguntungkan unjuk kerja ekstraksi.

Proses *leaching* umumnya digunakan untuk dua tujuan yaitu mengekstraksi oryzanol dari *dried soapstock* dan ekstraksi pengotor dari fasa yang kaya oryzanol (*oryzanol enriched*). Dasar pemilihan pelarut, pada metode *leaching* adalah perbedaan kelarutan dari oryzanol dan pengotor di dalam pelarut *leaching*. Parameter proses yang dibutuhkan dan patut untuk dipertimbangkan adalah rasio padatan ke pelarut, temperatur dan waktu. Polaritas pelarut juga mempengaruhi jumlah oryzanol yang terekstrak. Ekstrabilitas meningkat seiring dengan meningkatnya polaritas pelarut.

II.2.2 Liquid-Liquid Extraction (LLE)

Pada ekstraksi *liquid-liquid*, satu komponen bahan atau lebih dari suatu campuran dipisahkan dengan bantuan pelarut. Ekstraksi *liquid-liquid* terutama digunakan, bila pemisahan campuran dengan cara destilasi tidak mungkin dilakukan (misalnya pembentukan azeotrop karena kepekaannya terhadap panas) atau tidak

ekonomis. Seperti ekstraksi *solid-liquid*, ekstraksi *liquid-liquid* selalu terdiri dari sedikitnya dua tahap, yaitu pencampuran secara intensif bahan ekstraksi dengan pelarut dan pemisahan kedua fase cair itu sesempurna mungkin. Ekstraksi cair-cair (*liquid extraction, solvent extraction*): *solute* dipisahkan dari cairan pembawa (*diluen*) menggunakan *solvent* cair. Campuran *diluen* dan *solvent* ini adalah heterogen (*immiscible*, tidak saling campur). Apabila dipisahkan akan membentuk 2 fase, yaitu fase *diluen* (rafinat) dan fase *solvent* (ekstrak). Perbedaan konsentrasi *solute* di dalam suatu fasa dengan konsentrasi pada keadaan setimbang merupakan pendorong terjadinya pelarutan (pelepasan) *solute* dari larutan yang ada. Gaya dorong (*driving force*) yang menyebabkan terjadinya proses ekstraksi dapat ditentukan dengan mengukur jarak sistem dari kondisi setimbang. Pada ekstraksi cair-cair, satu komponen bahan atau lebih dari suatu campuran dipisahkan dengan bantuan pelarut. Proses ini digunakan secara teknis dalam skala besar misalnya untuk memperoleh vitamin, antibiotika, bahan-bahan penyedap, produk-produk minyak bumi dan garam. Ekstraksi cair-cair terutama digunakan, bila pemisahan campuran dengan cara destilasi tidak mungkin dilakukan (misalnya pembentukan *azeotrop* karena kepekaannya terhadap panas). Seperti halnya pada proses ekstraksi padat-cair, ekstraksi cair-cair selalu terdiri atas sedikitnya dua tahap, yaitu pencampuran secara intensif bahan ekstraksi dengan pelarut dan pemisahan kedua fasa cair itu sesempurna mungkin. Pada saat pencampuran terjadi perpindahan massa, yaitu ekstrak meninggalkan pelarut yang pertama (media pembawa) dan masuk ke dalam pelarut kedua (media ekstraksi).

Pertimbangan pemakaian proses ekstraksi sebagai proses pemisahan antara lain:

1. Komponen larutan yang sensitif terhadap pemanasan jika digunakan distilasi meskipun pada kondisi vakum.
2. Titik didih komponen-komponen dalam campuran berdekatan.
3. Kemudahan menguap (*volatility*) komponen-komponen hampir sama.

Berdasarkan sifat *diluen* dan *solvent*, sistem ekstraksi dibagi menjadi 2 sistem:

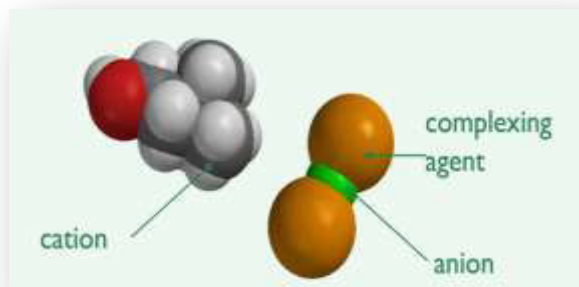
- a. *Immiscible extraction*, *solvent* (S) dan *diluen* (D) tidak saling larut.
- b. *partially miscible*, *solvent* (S) sedikit larut dalam *diluen* (D) dan sebaliknya ,

meskipun demikian, campuran ini heterogen, jika dipisahkan akan terdapat fase diluen dan fase solvent.

II.3 *Deep Eutectic Solvent*

Eutektik adalah campuran dari dua komponen yang memiliki titik leleh terendah. Penurunan titik beku berhubungan dengan kekuatan interaksi antara dua komponen. Pelarut eutektik (DES) telah muncul selama dekade terakhir sebagai kelas cairan ionik (ILS). Dalam arti luas, DES biasanya dibentuk dengan mencampur garam amonium kuaterner (biasanya kolin klorida dan turunannya) dengan molekul donor ikatan hidrogen seperti amina, amida, alkohol, asam karboksilat, gula atau poliol. Pencampuran dua komponen ini pada saat pemanasan dengan rasio molar tertentu dan berpengaruh pada titik leleh. Di mana tidak ada *waste* yang diproduksi dan tidak ada langkah-langkah pemurnian lebih lanjut yang diperlukan.

Garam amonium kuaterner seperti *choline chloride* dapat dijadikan pelarut dengan digabungkan dengan suatu *complexing agent*. Terdapat tiga tipe *complexing agent* yaitu *metal salt*, *hydrated salt mixtures* dan *hydrogen bond donor*. Tipe pertama yaitu *metal salt* mudah dibuat dan tidak bereaksi dengan air serta memiliki viskositas yang besar, biasanya digunakan untuk proses *coating* karena bersifat resisten terhadap korosi. Tipe kedua yaitu *hydrated salt mixtures* lebih rendah viskositasnya dibandingkan tipe pertama, tipe ini biasanya digunakan untuk proses *plating*, sedangkan tipe ketiga yaitu *hydrogen bond donor*, dimana pelarut yang dihasilkan disebut “*Deep Eutectic Solvent*” yang dapat digunakan sebagai *solvent* untuk berbagai proses. Keuntungannya adalah harga yang murah, tidak beracun, *biodegradable* dan tidak mudah terbakar. DES dapat melarutkan berbagai macam solute seperti garam, senyawa organik polar, metal oksida, asam amino, enzim dan surfaktan (Abbott dkk, 2003; Abbot dkk, 2004).



Gambar II.2 Garam amonium kuartener dengan *complexing agent*

(Sumber: Abbot dkk ppt)

Mengatasi harga yang tinggi dan toksisitas dari *Ionic Liquid Solvent* (ILS), maka dibuat suatu pelarut generasi baru bernama *Deep Eutectic Solvent* (DES). Pembentukan DES dapat diperoleh hanya dengan pencampuran dua komponen yang bersifat aman (murah, terbarukan dan *biodegradable*) dan mampu membentuk campuran eutektik. Salah satu komponen yang paling luas digunakan untuk pembentukan DES ini adalah *choline chloride* (CHCl). CHCl sangat murah, *biodegradable* dan tidak beracun. Suatu garam amonium kuartener yang dapat diekstrak dari biomassa atau disintesis dari cadangan fosil. Saat dikombinasikan dengan komponen aman sebagai donor ikatan hidrogen seperti urea, asam karboksilat terbarukan (misalnya oksalat, sitrat, suksinat atau amino asam) atau poliol terbarukan (misalnya gliserol, karbohidrat), CHCl mampu dengan cepat membentuk DES. Meskipun sebagian besar dari DES adalah terbuat dari CHCl sebagai spesies ionik, DES tidak dapat dianggap sebagai ILS karena DES tidak seluruhnya terdiri dari spesies ion dan juga dapat diperoleh dari spesies non-ionik. Dibandingkan dengan ILS tradisional, DES yang berasal dari CHCl memiliki banyak keuntungan seperti :

1. Harga rendah.
2. Inert secara kimia dengan air (memudahkan saat *storage*).
3. Mudah saat preparasi karena DES diperoleh hanya dengan mencampur dua komponen, sehingga tidak memerlukan masalah pemurnian dan pembuangan limbah yang umumnya ditemui dengan ILS.
4. Kebanyakan dari DES adalah *biodegradable*, *biocompatible* dan tidak beracun. Untuk alasan ini, DES berasal dari CHCl juga akrab disebut biokompatibel atau *biorenewable* cairan ionik dalam beberapa studi (Yu dkk, 2008; Weaver dkk, 2010; Zhang dkk, 2012).

DES umumnya terdiri dari dua atau tiga komponen yang mampu berinteraksi dengan satu sama lain, melalui interaksi ikatan hidrogen, untuk membentuk campuran eutektik. DES yang dihasilkan ditandai dengan *melting point* yang lebih rendah dibandingkan dengan setiap komponen individu. Sebagian besar dari DES berwujud cair antara suhu kamar-70 °C. Dalam kebanyakan kasus, DES diperoleh dengan mencampur garam amonium kuaterner dengan garam logam atau *Hydrogen Bond Donor* (HBD) yang memiliki kemampuan untuk membentuk senyawa kompleks dengan anion halida dari garam amonium kuaterner.

II.4 Viskositas dan konduktivitas pada DES

Viskositas menggambarkan gesekan antar lapisan fluida ketika satu lapisan bergerak melewati lapisan yang lain. Sebagian besar dilaporkan beberapa DES memiliki nilai viskositas tinggi, lebih tinggi dari 100 cp seperti pada tabel berikut (untuk perbandingan, viskositas air 0.89 cp pada suhu kamar)

Tabel II.1 Viskositas dan konduktivitas dari beberapa DES pada suhu tertentu

Garam Kuaterner	HBD	Garam:HBD (Molar Ratio)	Viskositas (cp)(Temperatur)	Konduktivitas (mS. cm¹)(temperatur)
ChCl	Urea	1:2	750 (25°C)	0,20 (40°C)
ChCl	Ethylene glycol	1:2	37 (25°C)	7,61 (20°C)
ChCl	Glycerol	1:2	359 (25°C)	1,05 (20°C)
EtHN ₃ Cl	CF ₃ CONH ₂	1 : 1,5	256 (40°C)	0,39 (40°C)
EtHN ₃ Cl	Acetamide	1 : 1,5	64 (40°C)	0,69 (40°C)
EtHN ₃ Cl	Urea	1: 1,5	128 (40°C)	0,35 (40°C)
AcChCl	Urea	1 : 2	2214 (40°C)	0,02 (40°C)

(sumber: Abbott dkk; D' Agostino dkk, 2004)

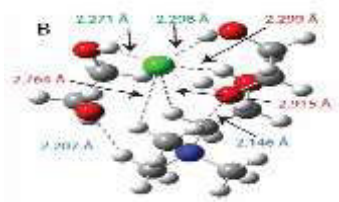
Mengingat bahwa DES memiliki potensi besar sebagai media yang *renewable*, pengembangan DES digunakan untuk operasi beberapa proses sehingga biaya operasional

dapat dikurangi secara signifikan. Viskositas DES dipengaruhi oleh sifat kimia dari komponen, kadar air dan suhu.

II.5 Karakteristik DES dari Kolin Klorida dan Etilen Glikol

Deep Eutectic Solvent dibuat dengan mencampurkan suatu garam ammonium kuartener yaitu *choline chloride* (2-Hydroxy-N,N,N-trimethylethanaminium chloride) dan etilen glikol sebagai donor ikatan hidrogen. Titik eutektik antara etilen glikol dan *choline chloride* pada perbandingan molar rasio garam/HBD 1:2 dengan *melting point* pada suhu 296,15 K (Garcia dkk, 2015). Etilen glikol dimer sebagai HBD saling berinteraksi satu sama lain (pada perbandingan molar rasio CHCL/Etilen Glikol adalah 1:2) yaitu membentuk ikatan hidrogen dengan pola berbentuk siklik, dimana jarak ikatan O---H adalah 1,944 Å (Wagle dkk, 2016). Sedangkan kolin klorida memiliki 3 jenis *bond* yaitu C-N, C-O dan C-C dengan jarak 0,01 Å dengan struktur kristal (Hjortas dkk, 1971). Jarak *bond* pada kolin klorida yang kecil atau sangat berdekatan mengakibatkan senyawa ini sulit untuk membentuk *liquid* pada suhu kamar.

Berdasarkan penelitian Wagnel dkk (2016) DES dari campuran kolin klorida dengan etilen glikol (*ethaline*) akan membentuk 3 interaksi CH---O, yaitu interaksi antara oksigen dari etilen glikol dengan metil proton pada kolin klorida. Jarak interaksi pada H---O adalah sebesar 2,146-2,440 Å. Selain itu juga terjadi interaksi antara H pada etilen glikol dengan Cl⁻ pada CHCl membentuk ikatan H---Cl⁻ dengan jarak 2,271-2,474 Å. Cl⁻ selaku anion pada CHCl membentuk *centerpiece* dengan berinteraksi dengan 5 grup hidroksil, satu gugus hidroksil dari kation pada choline dan 4 dari 2 molekul etilen glikol. Ilustrasi dari interaksi tersebut dapat dilihat pada gambar dibawah ini :



Gambar II.3 Ilustrasi dari jarak interatomik pada ethaline (CHCl+EG) pada M06-2X/6-311++G(d,p). Warna merah sebagai choline---Cl⁻, hijau sebagai HBD—Cl⁻, biru sebagai choline---HBD dan hitam sebagai HBD---HBD.

Ikatan hidrogen terjadi ketika ada interaksi tarik menarik antara atom yang bersifat elektronegatif dengan atom hidrogen yang terikat pada atom lain yang juga bersifat elektronegatif. Beberapa atom yang memiliki keelektronegatifan tinggi yaitu N, F, Cl dan O. Sehingga pada DES ini membentuk ikatan hidrogen karena adanya interaksi antara H pada HBD dengan Cl⁻, dimana Cl⁻ adalah unsur pada golongan VII A yang memiliki keelektronegatifan besar yaitu sebesar 3.0. Selain itu juga terjadi ikatan hidrogen antara metil proton (CH) pada choline dengan oksigen dari HBD.

II.6 Penelitian Terdahulu

1. Tian dkk (2013) menggunakan DES untuk ekstraksi flavonoid sebagai antioksidan, pada penelitian ini digunakan variasi HBD yaitu menggunakan etilen glikol, gliserol, 1,2-butanadiol, 1,3 butanadiol, 1,4 butanadiol, 2,3 butanadiol, 1,6 hexanadiol. Selain itu juga digunakan variasi waktu ekstraksi yaitu 30, 40 dan 50 menit, suhu ekstraksi yaitu 60, 70 dan 80 °C, perbandingan solid dan liquid serta variasi jumlah air yang ditambahkan untuk mengurangi viskositas DES. Kondisi optimal didapat pada penambahan 35 %wt air, CHCl₃/ 1,4 butadienol dengan molar rasio 1/5, suhu operasi 70 °C. Hasil dari analisa *response surface methodology* (RSM) menunjukkan bahwa temperatur paling berpengaruh pada proses ekstraksi karena temperatur dapat mempengaruhi difusi, viskositas, tegangan permukaan dan kelarutan.
2. Saska dan Rosssiter pada tahun 1998 meneliti tentang simulasi pemisahan dengan *moving bed chromatography* dengan menggunakan silika untuk *recovery* γ -oryzanol dari *degummed and dewaxed* minyak dedak padi yang mengandung 1,2 – 1,6 % γ -oryzanol. Crude pruduk yang dihasilkan dengan kandungan γ -oryzanol 12 - 15% dan 90 – 95% produk murni di *recovery* dari larutan konsentrat dengan kristalisasi menggunakan heptane. Dengan *recycle* dari cairan kristalisasi, secara keseluruhan *recovery* γ -oryzanol berkisar 85-90% dan berpotensi lebih tinggi lagi.
3. Xu dan Godber (1999) melakukan pemurnian oryzanol dari crude RBO dengan menggunakan metode *normal phase* HPLC. Sedangkan pemisahan masing–masing

komponen dari oryzanol menggunakan reverse phase HPLC, 10 fraksi telah teridentifikasi strukturnya. Identifikasi menggunakan GC/MS dengan sebuah tumbukan elektron *spectrum* massa setelah komponen ditransformasikan dengan trimethylsilyl ether. Kesepeuluh komponen γ -oryzanol yaitu Δ 7-stigmasteryl ferulate, stigmasteryl ferulate, cycloartenyl ferulate, 24-methylenecycloartanyl ferulate, Δ 7-campestenyl ferulate, campesteryl ferulate, Δ 7-sitostenyl ferulate, sitosteryl ferulate, compestanyl ferulate, dan sitostanyl ferulate. Namun 3 komponen utama γ -oryzanol cycloartenyl ferulate, 24-methylenecycloartanyl ferulate, dan campesteryl ferulate.

4. Narayan dkk (2006) melakukan kristalisasi menggunakan *unsaponifiable matter* dari soapstock (diperoleh dari *leaching*, *pretreated* dan *soapstock* dehidrasi) sebagai bahan baku awal untuk kristalisasi oryzanol. Pelarut untuk kristalisasi menggunakan menggunakan campuran aceton dan methanol dalam proporsi yang berbeda pada temperatur refluks. Setelah didinginkan pada temperatur ruang, *impurities (waxes)* yang tertahan dibuang. Cairan *impurities* dipisahkan, didinginkan 5 – 10 °C semalam untuk kristalisasi oryzanol. Kemurnian oryzanol yang diperoleh sebesar 65% (w/w), *yield* 70% (w/w). Penemuan baru dalam proses ini untuk meningkatkan kemurnian oryzanol adalah pemilihan material awal (perlakuan awal dan dehidrasi RBOS) yang mempunyai resisten transfer massa sedikit karena meningkatnya surface area dan hilangnya sebagian *impurities* seperti *gum*. Dengan menggabungkan rekristalisasi kedua setelah kristalisasi awal.
5. Kasim, dkk pada tahun 2007 meneliti tentang isolasi oryzanol dari residu biodiesel, dengan *dewaxing*, *degumming*, *acid catalyzed esterification* dan *vacum destilation* kandungan oryzanol naik sebesar 16%. Setelah menggunakan ekstraksi *solvent*, kandungan oryzanol meningkat dari 16 – 35% dengan *recovery* 88% sedangkan untuk ekstraksi soxhlet kandungan oryzanol naik sebesar 47 % dengan *recovery* 97%. Hasil paling optimal diperoleh dengan menggunakan kolom kromatografi silika gel sebesar 83,79% kandungan oryzanol dengan *recovery* sebesar 81,75%.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah biodiesel dari minyak dedak padi IR 64 dari Banyuwangi, sebelum digunakan dedak padi disaring terlebih dahulu untuk memisahkan *impurities* yang terikut di dalam dedak padi. Dedak padi disimpan pada suhu 5°C untuk menjaga kandungan FFA (Lai dkk, 2005). Dedak padi disimpan dibawah suhu kamar agar enzim lipase yang dapat menghidrolisa *trigliserida* tidak cepat aktif sehingga dedak padi tidak berbau tengik. Bahan lain yang digunakan adalah *methanol*, *n-hexane*, asam sulfat (H_2SO_4), *aquadest*, *choline chloride* (CHCl), etilen glikol, acetone, etanol, indikator PP, dan NaOH.

III.2 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

- Variabel tetap
 - Dedak padi IR 64 seberat 50 gram untuk ekstraksi
 - Biodiesel yang digunakan untuk ekstraksi/ pemurnian seberat 1 gram
 - Penelitian menggunakan *biodiesel* dari minyak dedak padi dengan menggunakan DES (*deep eutectic solvent*). Rasio molar antara CHCl: etilen glikol adalah 1:2 (kondisi eutektik)
 - Waktu reaksi 8 jam.
- Variabel bebas
 1. Waktu ekstraksi yaitu 15, 30, 45, 60, 120, 240, dan 480 menit.
 2. Suhu ekstraksi yaitu 15°C, 20°C, 25°C, dan 30°C
- Variabel respon
 - *Yield oryzanol* (%)

III.3 Prosedur Penelitian

III.3.1 Tahap ekstraksi minyak dedak padi

Tahap pertama adalah ekstraksi minyak dedak padi dari dedak padi IR 64 Banyuwangi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Dedak padi sebanyak 50 g dimasukkan ke dalam kertas saring kemudian dimasukkan ke dalam soxhlet. *N-hexane* sebanyak 300 mL dimasukkan ke dalam *round bottom flask* volume 500 mL yang dilengkapi dengan pemanas mantel dan terhubung dengan kondensor *reflux*. Larutan *N-hexane* kemudian dipanaskan hingga mencapai suhu 70°C. Waktu ekstraksi dilakukan selama 8 jam. Waktu ekstraksi dilakukan sebanyak 27 *cycle*, dengan *cycle* pertama selama ± 2 jam. Kemudian larutan hasil ekstraksi dimasukkan ke dalam *rotary evaporator* untuk memisahkan *N-hexane* dan minyak dedak padi. Minyak dedak padi kemudian ditimbang untuk mengetahui *yield* yang dihasilkan dan menganalisa kadar FFA dari minyak.

III.3.2 Tahap Pembuatan Biodiesel

Proses pembuatan biodiesel menggunakan metode *acid catalyzed methanolysis* yang telah dilakukan oleh Zullaikah dkk (2005). Berdasarkan penelitian tersebut, 10 g minyak dedak padi direaksikan dengan metanol pada tekanan atmosfer dengan suhu 60°C, rasio molar minyak/metanol 1:10 dan katalis asam sulfat 2 wt% adalah kondisi operasi terbaik untuk menghasilkan biodiesel. Oleh karena itu, pada penelitian ini biodiesel yang akan digunakan untuk proses ekstraksi diolah dengan kondisi operasi yang sama. Biodiesel kemudian ditimbang untuk mengetahui *yield* yang dihasilkan dan menganalisa kadar FFA dari minyak.

III.3.3 Tahap Pembuatan DES

Membuat DES dengan rasio molar antara CHCl_3 dan etilen glikol 1:2. CHCl_3 dan etilen glikol dicampurkan dengan perbandingan tersebut ke dalam *beaker glass* yang dipanaskan pada suhu 60°C disertai pengadukan hingga cairan transparan terbentuk.

III.3.4 Tahap Ekstraksi γ -Oryzanol

Biodiesel diekstraksi dengan metode *liquid-liquid extraction* (LLE) menggunakan pelarut DES. DES yang telah disintesis ditambahkan ke dalam biodiesel dengan perbandingan molar rasio biodiesel/DES 1:2. Waktu ekstraksi selama 15, 30, 45, 60, 120, 240, dan 480 menit dengan variasi suhu ekstraksi 15°C, 20°C, 25°C, dan 30 °C. Setelah waktu ekstraksi selesai, sampel didiamkan selama 2 jam hingga terbentuk lapisan atas dan lapisan bawah, kemudian lapisan atas (*biodiesel*) dipisahkan dari lapisan bawah (DES) dengan menggunakan *separator funnel*.. Dimana lapisan atas adalah *biodiesel* yang lebih murni sedangkan lapisan bawah adalah larutan DES beserta komponen terikut lainnya seperti γ -oryzanol. Oryzanol pada lapisan bawah dipisahkan dengan penambahan acetone. Oryzanol akan larut dalam acetone. Sampel didiamkan selama 2 jam hingga terbentuk lapisan atas dan lapisan bawah, kemudian lapisan atas (*Acetone dan Oryzanol*) dan lapisan bawah (DES) dipisahkan dengan menggunakan *separator funnel*. Lapisan Atas kemudian dipisahkan menggunakan vacuum evaporator sesuai setting *boiling point* acetone dengan tekanan 50 mmHg untuk memisahkan acetone dan Oryzanol. Oryzanol yang didapatkan kemudian dianalisa menggunakan spektrofotometri.

III.4 Analisa

1. Analisa Asam Lemak Bebas/FFA

Analisa asam lemak bebas/ FFA dengan metode titrasi sesuai dengan AOCS *official methode* Ca 5a-40 yang telah dimodifikasi seperti pada penelitian yang telah dilakukan oleh Rukunudin dkk, 1998.

Tabel III.1 Data Ukuran Sampel dan Konsentrasi *Reagen* yang Digunakan dalam Metode Perhitungan FFA Termodifikasi.

FFA range (%)	Berat minyak (g)	Volume etil alkohol (mL)	Normalitas NaOH (N)
0,01-0,2	5,64	5	0,013
0,2-1	2,82	5	0,013
1-30	0,7	7,5	0,031

30-50	0,7	10	0,13
50-100	0,35	10	0,125

Prosedur analisa FFA yang dilakukan adalah sebagai berikut :

Sebanyak 0,7 gram minyak di tambahkan ke dalam erlenmeyer. Ethanol 7,5 ml ditambahkan ke dalam erlenmeyer. Selanjutnya larutan dipanaskan hingga suhu 50°C disertai pengadukan. Indikator PP dimasukkan sebanyak 3 tetes. Titrasi dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 0,031 N hingga larutan berwarna merah jambu.

$$\% \text{ FFA} = \frac{\text{Volume alkali (mL)} \times \text{Normalitas alkali} \times 28,2}{\text{Berat sampel (g)}}$$

2. Analisa Spektrofotometri Uv-Vis

Membuat kurva kalibrasi γ -oryzanol dengan menggunakan larutan *standart*. Oryzanol *standart* dilarutkan dalam *n-hexane* dan dihitung konsentrasinya, kemudian dilakukan beberapa kali pengenceran dengan perhitungan konsentrasi yang berbeda. Setiap konsentrasi oryzanol dilakukan uji spektrofotometri (UV-vis Spechtrophotometer V-550) untuk mengetahui panjang gelombang yang dihasilkan. Absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 200-400 nm. Dari data konsentrasi dan absorbansi larutan *standart* dapat dibuat grafik larutan *standart* sebagai acuan penentuan konsentrasi oryzanol pada sampel. Sampel yang dilarutkan dengan N-Hexane dimasukkan dalam kuvet 1-cm sel *quartz* dan dioperasikan dalam bandwidth = 1 nm serta data pitch = 1 nm. Abrorbansi yang dihasilkan oleh sampel kemudian diaplikasikan kedalam grafik larutan standart agar dapat diketahui konsentrasinya.

3. Analisa TLC

Thin Layer Chromatography (TLC) digunakan untuk menganalisa secara kualitatif konsentrasi oryzanol yang terkandung didalam biodiesel, DES, dan oryzanol *recovery*. Sampel dilarutkan kedalam heksan dan ditotolkan pada lembar aluminium putih TLC berukuran 20x20 cm. Langkah yang sama dilakukan dengan standar oryzanol. Kemudian plate dicelupkan kedalam fase bergerak, heksan/etil asetat/ asam asetat (90:10:1, v/v/v) didalam gelas

vessel yang tertutup. Spot divisualkan dibawah sinar UV dan diidentifikasi dengan standar yang telah dipakai.

4. Analisa % FAME (*Crude* biodiesel) dengan menggunakan Gas Kromatografi.

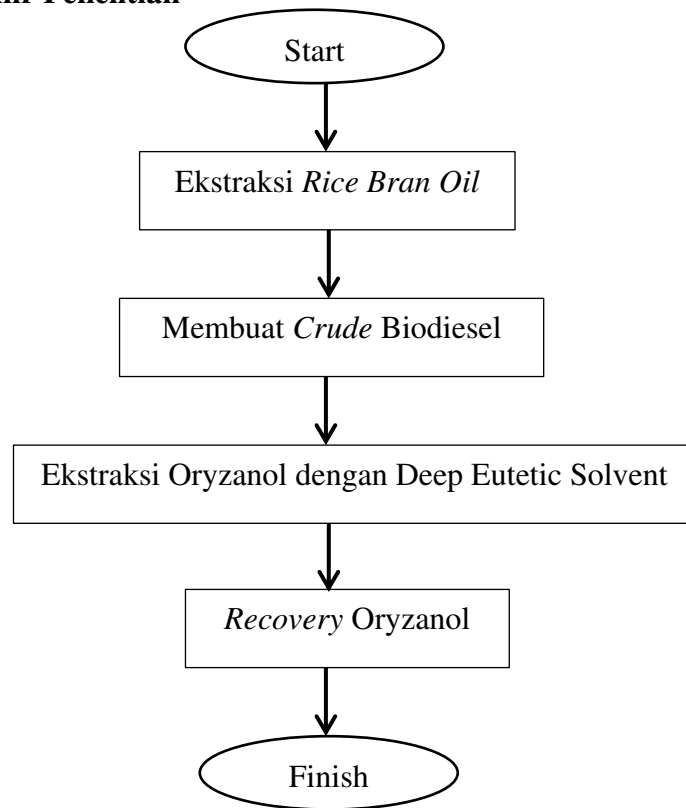
Kandungan FAME crude biodiesel ditentukan secara kuantitatif dengan GC tipe HP 6890 Series produksi Hewlett-Packard Inc. Sampel diinjeksikan ke dalam GC. Kolom GC yang digunakan adalah capillary column HP 19095P-QO4. Kecepatan gas pembawa 40 ml/ menit pada suhu 300°C.

$$\% FAME = Total Methyl Ester \left(\frac{g}{ml} \right) \times \frac{volume sampel (ml)}{massa sampel (g)}$$

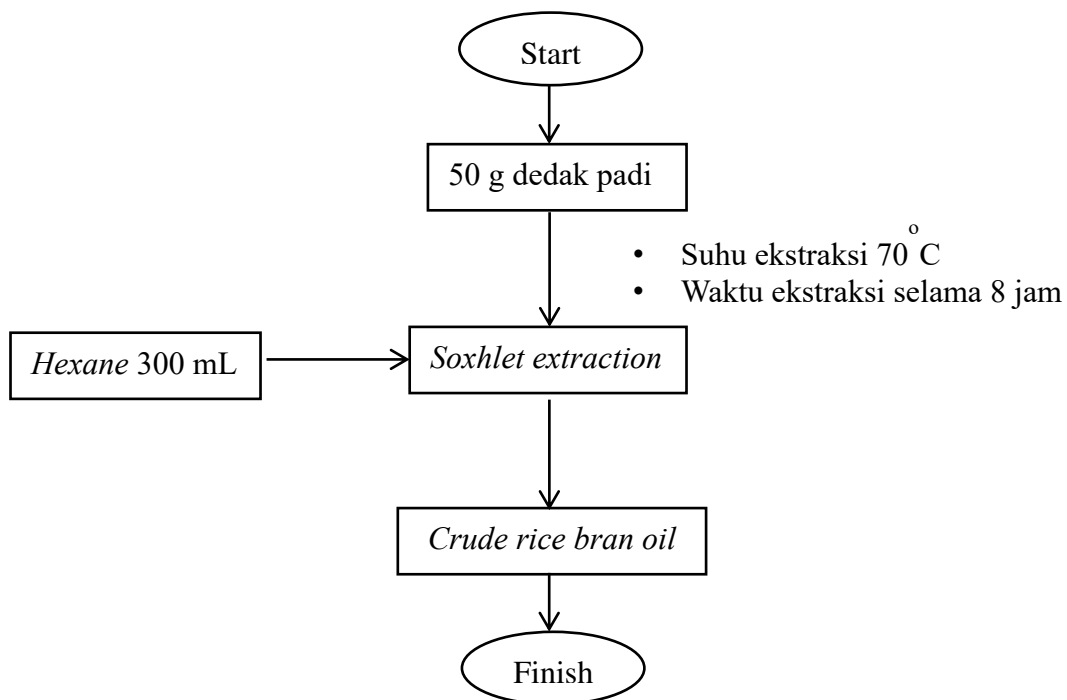
5. Analisa FTIR

Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Molekul senyawa kompleks yang ditembak dengan energi dari sumber sinar yang akan menyebabkan molekul tersebut mengalami vibrasi. FTIR yang digunakan Interferometer tipe Nicolet IS 10. Kandungan kualitatif yang diuji adalah biodiesel, DES dan Oryzanol setelah ekstraksi dari hasil terbaik yang didapatkan. Hal ini bertujuan untuk menentukan kandungan oryzanol yang masih tersisa didalam sample.

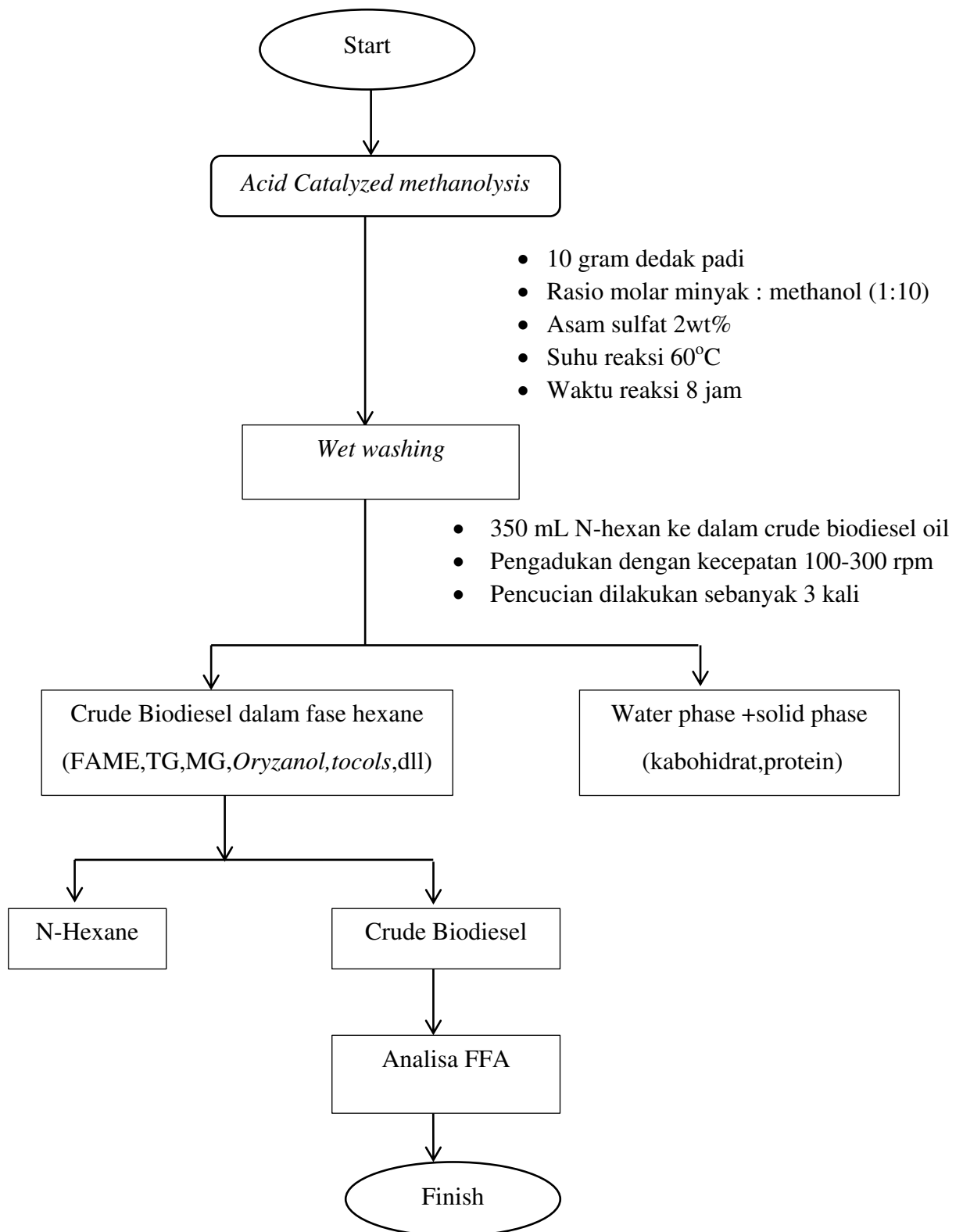
III.5 Diagram Alir Penelitian



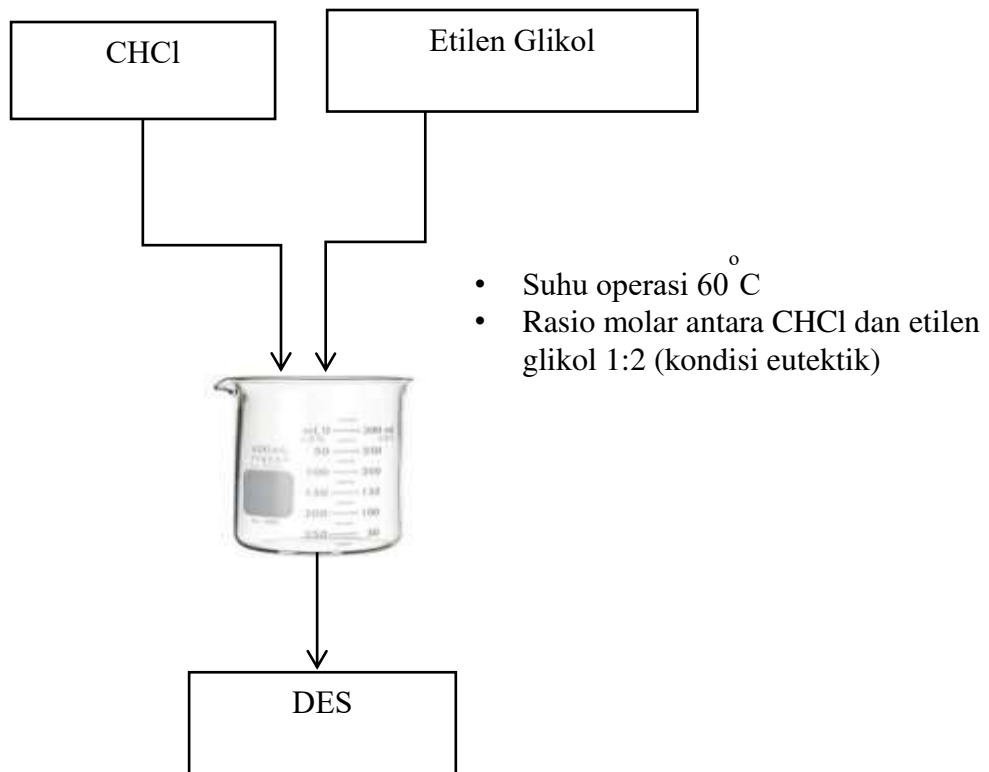
Gambar III.6.1 Diagram Alir Penelitian Secara Keseluruhan



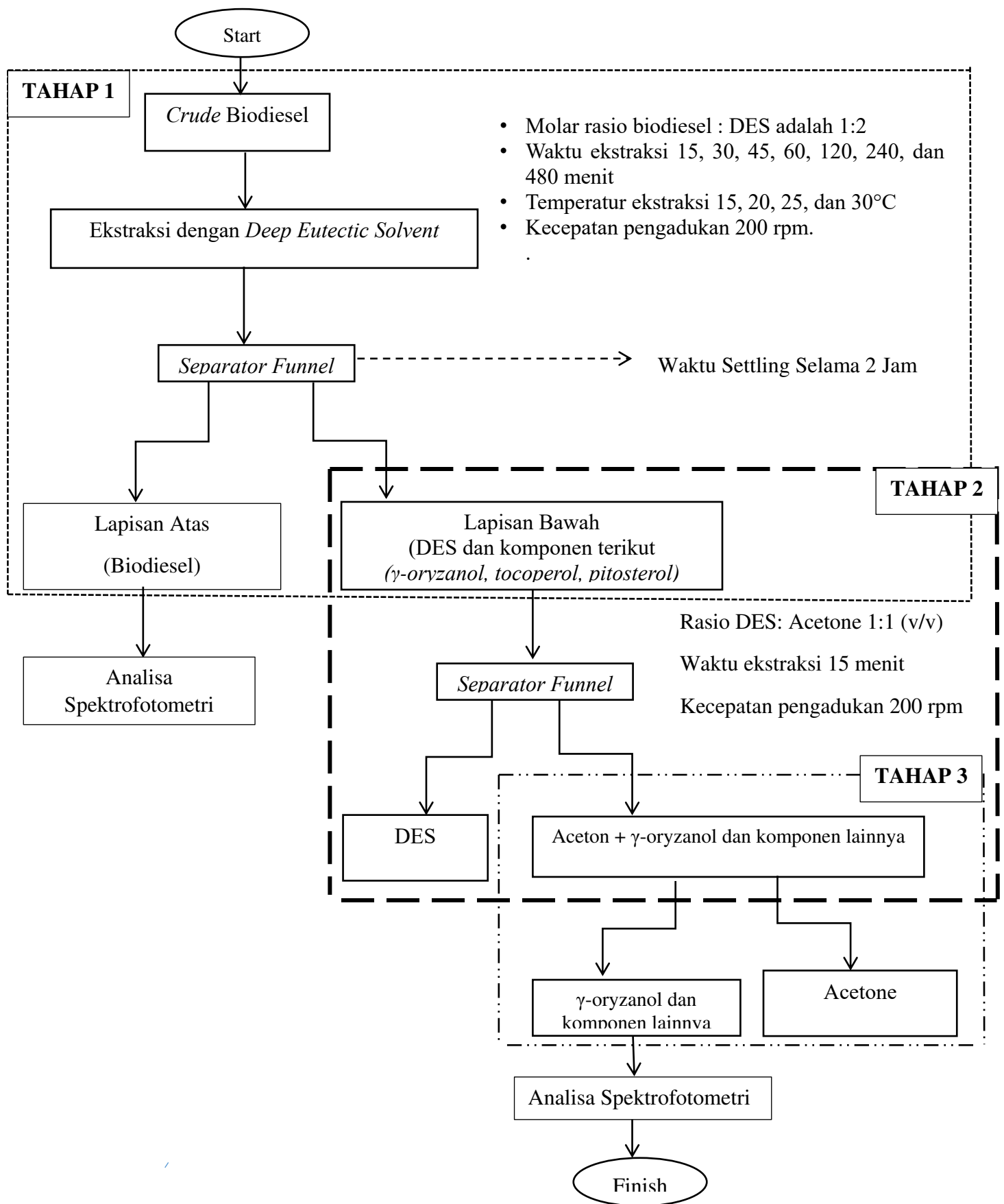
Gambar III.6.2 Proses pembuatan *rice bran oil* dengan metode ekstraksi



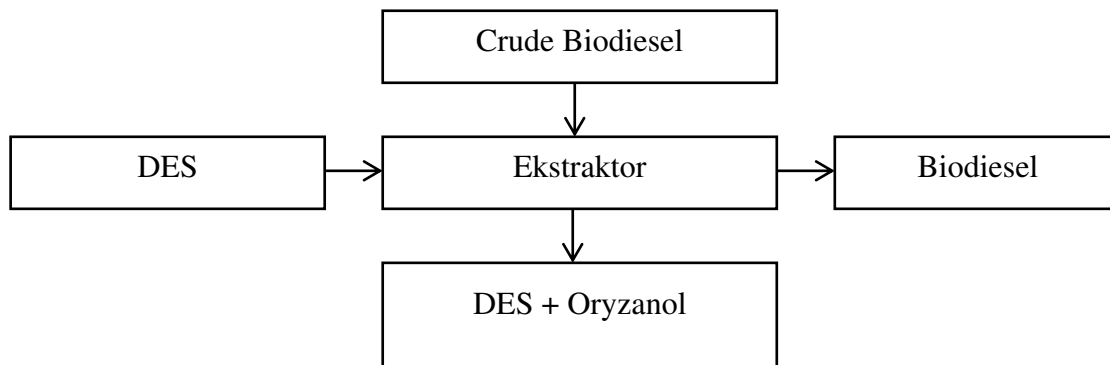
Gambar III.6.3 Proses pembuatan *crude* biodiesel dengan metode *acid catalyzed methanolysis* (Zulaikkah dkk, 2005)



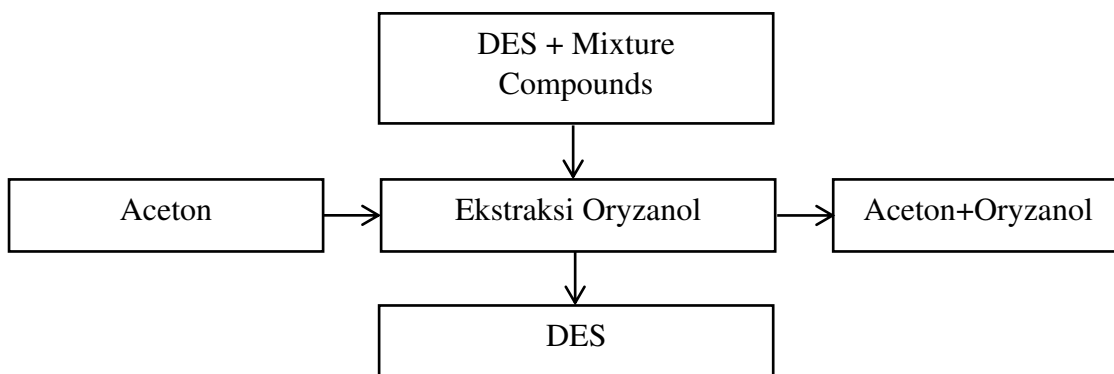
Gambar III.6.4 Tahap Pembuatan DES



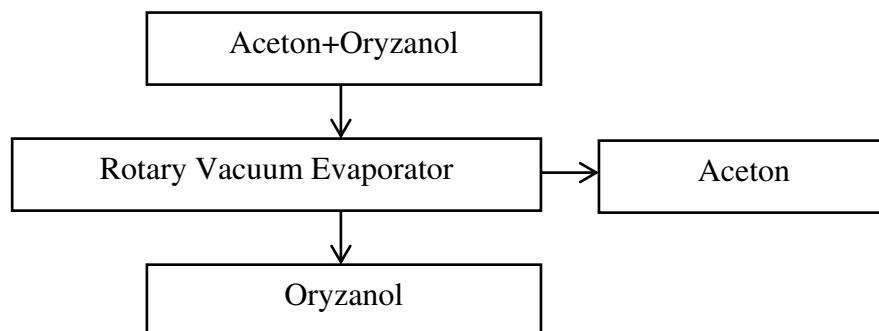
Gambar III.6.5 Diagram Alir Ekstraksi γ -Oryzanol Crude Biodiesel



III.6.6 Diagram Alir Tahap 1 γ -*Oryzanol*



III.6.7 Diagram Alir Tahap 2 γ -*Oryzanol*



III.6.8 Diagram Alir Tahap 3 γ -*Oryzanol*

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Pembuatan Biodiesel dari RBO

Crude RBO akan menghasilkan produk samping yang disebut dengan *biodiesel residue* yang kaya akan senyawa antioksidan seperti γ -oryzanol, *tocopherols*, *tocotrienols* *phystosterol*, *polyphenols* dan *squalene* (Ju dan Vali, 2005; Kasim dkk, 2007). Antioksidan tersebut harus diisolasi dari biodiesel untuk mengurangi biaya produksi dari biodiesel (Ju dan Siti, 2013). Bahan baku penelitian ini adalah *crude biodiesel* yang terbuat dari minyak dedak padi. Minyak dedak padi yang didapatkan dari ekstraksi dedak padi IR 64 dari Banyuwangi. Faktor yang mempengaruhi proses ekstraksi adalah temperatur ekstraksi, waktu ekstraksi, ukuran bentuk dan kondisi partikel padatan serta jenis pelarut. Semakin tinggi temperatur, laju pelarutan zat terlarut oleh pelarut semakin tinggi dan laju difusi pelarut ke dalam serta ke luar padatan. Semakin lama waktu ekstraksi maka semakin lama pula waktu kontak antara pelarut *n-hexane* dengan bahan baku dedak sebagai padatan sehingga semakin banyak zat terlarut yang terkandung di dalam padatan yang terlarut di dalam pelarut (Nasir dkk, 2009). Pengecilan ukuran partikel dapat mempengaruhi waktu ekstraksi (Mc.Cabe, 1985). Semakin kecil ukuran partikel berarti permukaan luas kontak antara partikel dan pelarut semakin besar, sehingga waktu ekstraksi akan semakin cepat (Nasir dkk, 2009).

Kandungan *yield* minyak dedak padi yang didapatkan dengan *setting* temperatur 60°C pelarut hexane dalam soxhlet ekstraktor selama 480 menit hingga semua minyak terambil adalah $14,663 \pm 0,204$ %. Selama ekstraksi tersebut terjadi 27 *cycle time*. Densitas minyak dedak padi yang didapatkan adalah 0,90253 gr/ml. Minyak dedak padi bahan baku penelitian yang digunakan dilakukan uji FFA sebanyak 3 kali dan didapatkan hasil $21,36 \pm 0,132$ %. Apabila bahan baku mengandung FFA kurang dari 5% digunakan katalis basa dalam proses transesterifikasi maka akan terbentuk sabun yang menghambat pemisahan gliserol dari biodiesel, untuk kasus seperti ini dengan kandungan FFA sebesar $21,36 \pm 0,132$ % maka digunakan katalis asam untuk esterifikasi FFA menjadi metil ester (Van Gerpen, 2005). Kandungan FFA dari Minyak dedak padi cukup tinggi (>0,5%) maka reaksi transesterifikasi tidak cocok digunakan

untuk pengolahan biodiesel, FFA akan menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan, sehingga digunakan metode *acid catalyzed methanolysis* berdasarkan Zullaikah dkk (2005). Dalam Pembuatan Biodiesel didapatkan kandungan densitas sebesar 0,83592 gr/mL. Kandungan FFA dari *Crude Biodiesel* yang telah dilakukan *acid catalyzed methanolysis* setelah proses sebesar $0,99 \pm 0,02\%$. Selain itu uji pada *Crude Biodiesel* juga dilakukan dengan menggunakan GC. Hal ini dilakukan untuk mengetahui kandungan FAME pada *crude biodiesel*.

IV.2 Hasil Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan *Deep Eutectic Solvent*

IV.2.1 Hasil Uji Kuantitatif Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan *DES*

1. Hasil Konsentrasi Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan *DES*

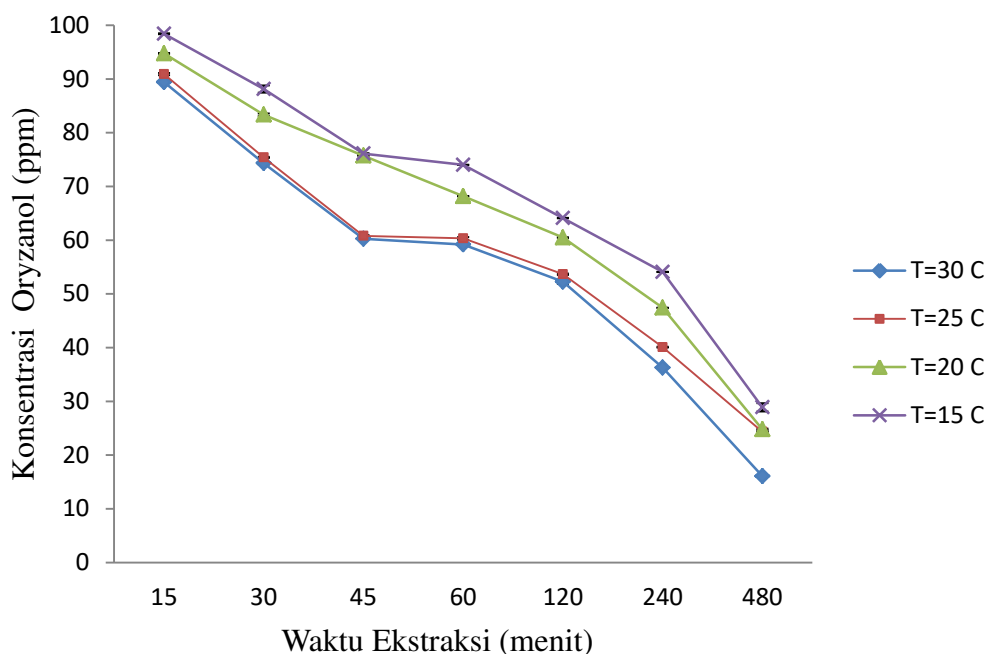
Ekstraksi γ -oryzanol biodiesel pada penelitian ini menggunakan metode *liquid-liquid extraction* dengan *DES* sebagai solvent. Berdasarkan Shahbaz dkk (2011) bahwa *DES* dapat menurunkan kadar MG dan DG dari *crude biodiesel* karena *DES* membentuk ikatan hidrogen dengan MG dan DG yang memiliki gugus hidroksil. Selain MG dan DG, pada *crude biodiesel* dari RBO juga terdapat impuritis lain seperti FFA, air, sisa metanol dan *bioactive compound* salah satunya γ -oryzanol yang memiliki manfaat jika dapat diisolasi dari *crude biodiesel*. Senyawa-senyawa tersebut memiliki gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan *DES*. Senyawa-senyawa yang memiliki gugus hidroksil dapat diekstrak dari biodiesel menggunakan *DES* melalui interaksi dengan *hydrogen bond acceptor* (HBA) yaitu choline chloride dan interaksi dengan *hydrogen bond donor* (HBD) yaitu etilen glikol. Berikut hasil konsentrasi pada *upper layer* dan *bottom layer* pada ekstraksi γ -oryzanol :

Tabel IV.3 Hasil Uji Konsentrasi γ -oryzanol Menggunakan Spektrofotometri pada Upper Layer/Biodiesel

Suhu (°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Rata-rata konsentrasi (ppm)	Standart deviasi
30	15	89,422	0,077
	30	74,333	0,240
	45	60,244	0,077
	60	59,200	0,067
	120	52,267	0,406
	240	36,267	0,115
	480	16,067	0,067

25	15	90,911	0,214
	30	75,400	0,115
	45	60,800	0,133
	60	60,333	0,240
	120	53,667	0,133
	240	40,089	0,102
	480	24,333	0,067
20	15	94,756	0,077
	30	83,356	0,234
	45	75,733	0,115
	60	68,178	0,038
	120	60,489	0,038
	240	47,422	0,038
	480	24,778	0,139
15	15	98,422	0,077
	30	88,133	0,677
	45	76,111	0,077
	60	74,022	0,038
	120	64,111	0,038
	240	54,089	0,038
	480	28,889	0,770

Dari Tabel IV.3 diolah menjadi grafik menggunakan *error bar* seperti Gambar IV.4



Gambar IV.4 Konsentrasi γ -oryzanol di Upper Layer

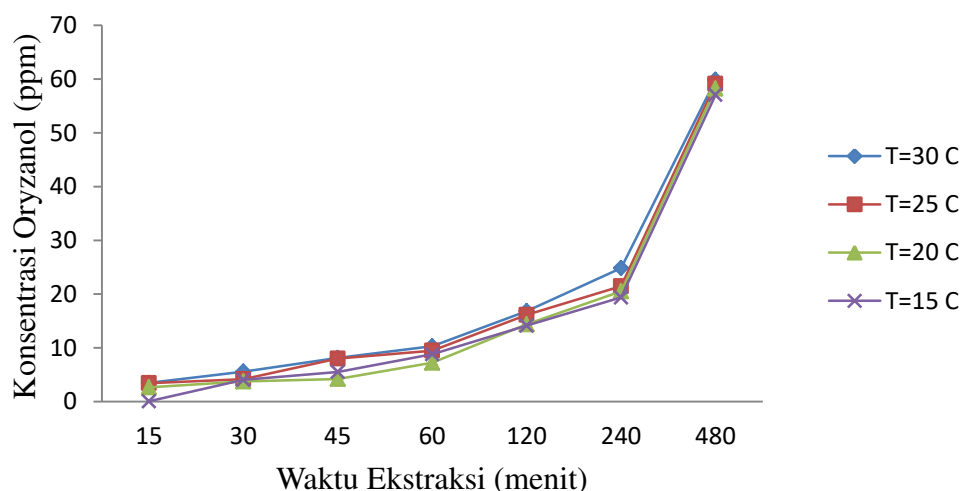
Dari tabel IV.3 dan gambar IV.4 trend konsentrasi oryzanol pada *upper layer*/biodiesel menurun seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Perbedaan penurunan konsentrasi antara suhu 30, 25, 20 dan 15°C tidak terlalu signifikan. *Error bar* dalam grafik juga tidak terlalu terlihat karena hasil dari 3x *run* menunjukkan hasil yang tidak terlalu jauh. Penurunan terbanyak terlihat pada ekstraksi pada 480 menit pada suhu 30°C konsentrasi γ -oryzanol pada *upper layer* tersisa 16,067 ppm dari yang awalnya sebesar 98,8 ppm. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu ekstraksi maka semakin besar terjadinya interaksi antara DES sehingga semakin banyak senyawa γ -oryzanol yang diikat DES.

Tabel IV.4 Hasil Uji Konsentrasi γ -oryzanol Menggunakan Spektrofotometri pada Produk Kaya Akan Oryzanol

Suhu (°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Rata-rata konsentrasi (ppm)	Standart Deviasi
30	15	3,467	0,002
	30	5,567	0,038
	45	8,111	0,139
	60	10,289	0,115
	120	16,822	0,067

	240	24,844	0,077
	480	59,867	0,291
25	15	3,433	0,047
	30	4,178	0,139
	45	8,000	0,067
	60	9,467	0,067
	120	16,133	0,133
	240	21,467	0,677
	480	59,133	1,778
20	15	2,633	0,001
	30	3,733	0,094
	45	4,200	0,115
	60	7,222	0,077
	120	14,378	0,367
	240	20,500	0,330
	480	58,244	0,077
15	15	0,043	0,002
	30	4,044	0,038
	45	5,511	0,139
	60	8,800	0,115
	120	14,133	0,067
	240	19,378	0,077
	480	57,067	0,291

Dari tabel IV.4 diolah menjadi grafik menggunakan *error bar* seperti gambar IV.5



Gambar IV.5 Konsentrasi γ -oryzanol di Bottom Layer

Gambar IV.5 dan tabel IV.4 menunjukkan bahwa *trend* pada grafik menunjukkan semakin lama waktu ekstraksi γ -oryzanol dengan DES maka semakin tinggi konsentrasi yang didapatkan. *Trend* grafik meningkat untuk semua suhu ekstraksi. Perbedaan juga terlihat tidak terlalu signifikan pada grafik produk kaya akan oryzanol. Konsentrasi γ -oryzanol *recovery* terbesar sebesar 59,867 ppm pada waktu ekstraksi selama 480 menit dengan suhu 30°C. Hal ini disebabkan karena γ -oryzanol memiliki gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan DES. Senyawa-senyawa yang memiliki gugus hidroksil dapat diekstrak dari biodiesel menggunakan DES melalui interaksi dengan *hydrogen bond donor* (HBD) yaitu etilen glikol semakin mudah larut pada suhu 30°C karena adanya faktor kelarutan. Semakin rendah suhu ekstraksi kondisi fisik DES semakin kental sehingga menyulitkan kelarutan γ -oryzanol pada DES.

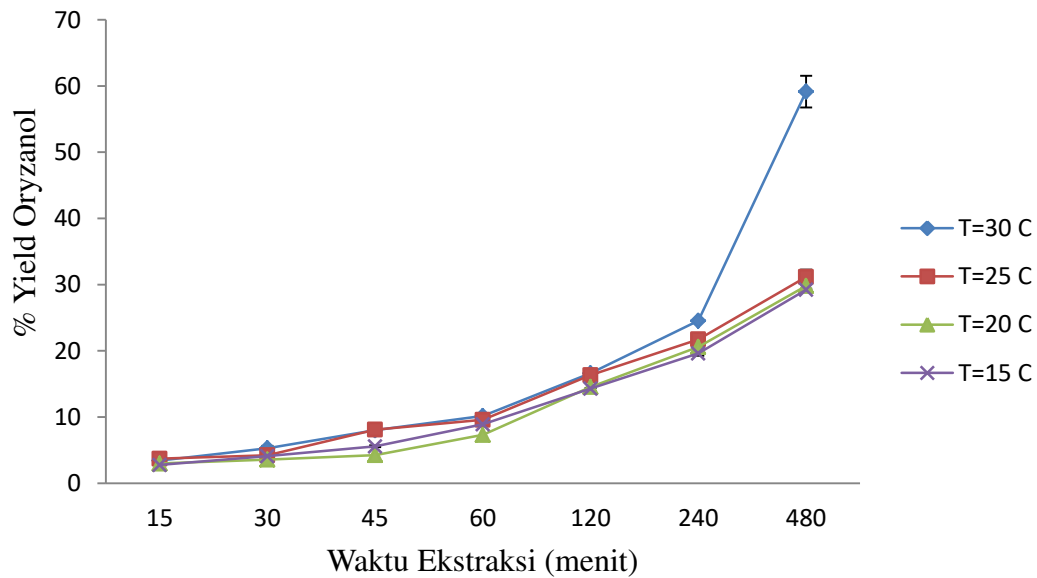
Tabel IV.5 % Yield γ -oryzanol total pada produk kaya akan oryzanol

Suhu (°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Rata-rata (%yield)	Standart Deviasi
30	15	3,425	0,114
	30	5,291	0,363
	45	8,014	0,137
	60	10,165	0,076

	120	16,620	0,166
	240	24,546	0,137
	480	59,148	2,397
25	15	3,711	0,410
	30	4,229	0,140
	45	8,097	0,067
	60	9,582	0,067
	120	16,329	0,135
	240	21,727	0,685
	480	31,161	1,117
20	15	2,991	0,566
	30	3,576	0,357
	45	4,251	0,117
	60	7,310	0,078
	120	14,552	0,372
	240	20,603	0,346
	480	29,813	0,059
15	15	2,767	0,202
	30	4,094	0,039
	45	5,578	0,140
	60	8,907	0,117
	120	14,305	0,067
	240	19,613	0,078
	480	29,228	0,151

Dari tabel IV.5 diolah menjadi grafik menggunakan *error bar* seperti gambar IV.6

2. % Yield Total Oryzanol Hasil Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan DES

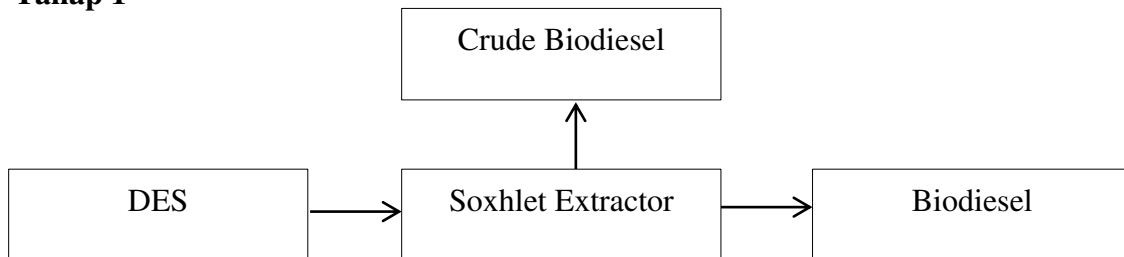


Gambar IV.6 % Yield Total γ -oryzanol Pada Produk Kaya Akan Oryzanol

Gambar IV.6 dan tabel IV.5 menunjukkan % yield total oryzanol menunjukkan peningkatan seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Dimana tidak ada perbedaan secara signifikan pada semua suhu, namun pada waktu ekstraksi 480 menit suhu 30°C, yakni 59,148% menunjukkan % yield γ -oryzanol yang lebih banyak dibandingkan pada variabel suhu dan waktu yang lainnya. Hal ini disebabkan karena γ -oryzanol memiliki gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan DES sehingga semakin banyak waktu semakin banyak pula γ -oryzanol yang larut.

3. % Yield Total Oryzanol Hasil Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan DES

Tahap 1

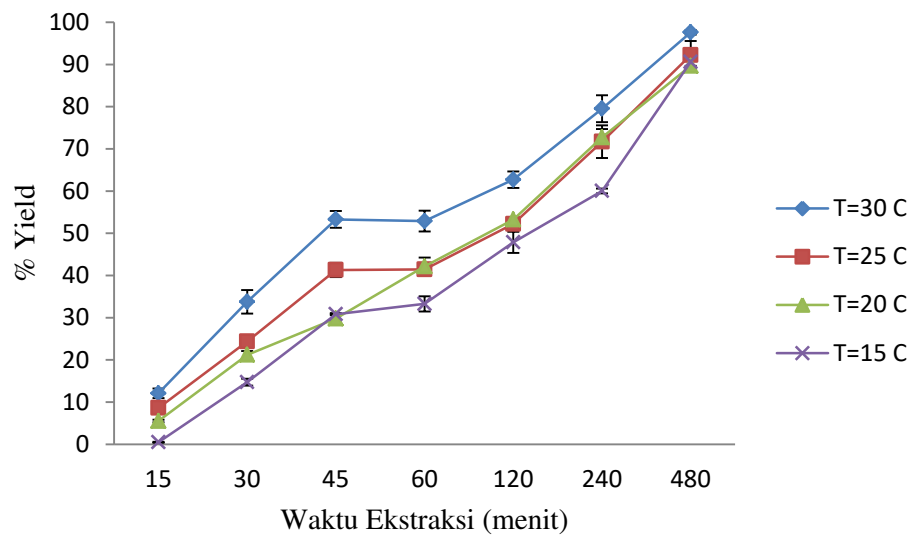


Gambar IV.7 Diagram Alir Tahap 1

Tabel IV.6 % Yield γ -oryzanol Tahap 1

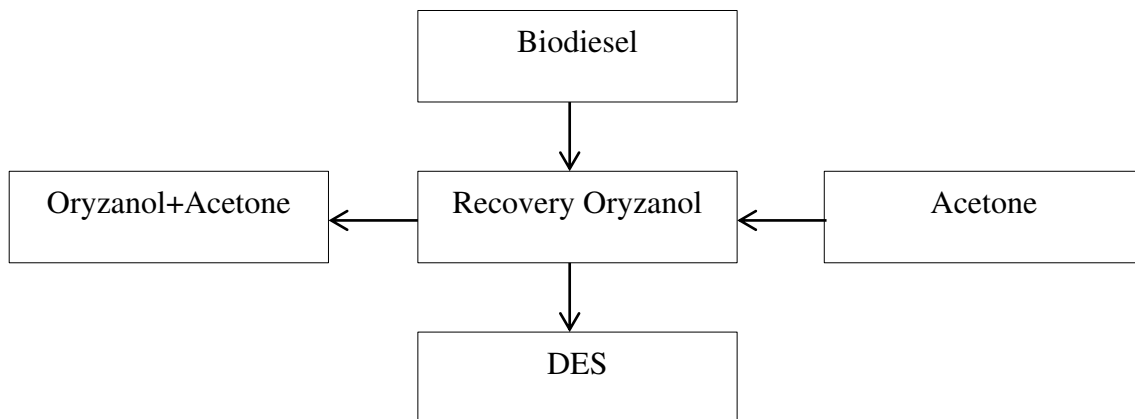
Suhu(°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Rata-rata (%yield)	Standart Deviasi
30	15	12,079	1,133
	30	33,777	2,789
	45	53,289	1,994
	60	52,893	2,473
	120	62,705	1,959
	240	79,530	3,195
	480	97,613	0,538
25	15	8,617	0,394
	30	24,361	0,067
	45	41,296	1,690
	60	41,437	1,472
	120	52,199	1,346
	240	71,701	3,869
	480	92,217	3,335
20	15	5,526	0,301
	30	21,194	0,908
	45	29,781	1,096
	60	42,154	2,096
	120	53,255	0,293
	240	72,720	2,002
	480	89,679	0,008
15	15	0,490	0,104
	30	14,733	0,822
	45	30,831	0,245
	60	33,284	1,806
	120	47,856	2,512
	240	60,037	0,563
	480	90,616	2,121

Dari tabel IV.6 diolah menjadi grafik menggunakan *error bar* seperti gambar IV.8



Gambar IV.8 % Yield Oryzanol Tahap 1

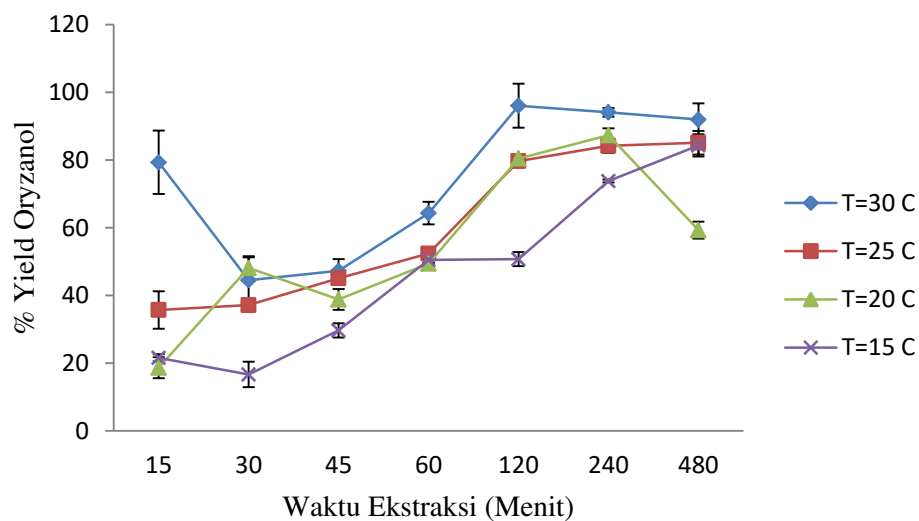
Dari tabel IV.6 dan gambar IV.8 menunjukkan semakin banyak oryzanol terekstrak seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Perbedaan % yield pada tahap 1 tidak terlalu signifikan. Dimana hasil terbaik ekstraksi ada pada suhu 30°C dan waktu ekstraksi 480 menit.



Gambar IV.9 Diagram Alir Tahap 2

Tabel IV.6 % Yield γ -oryzanol Tahap 2

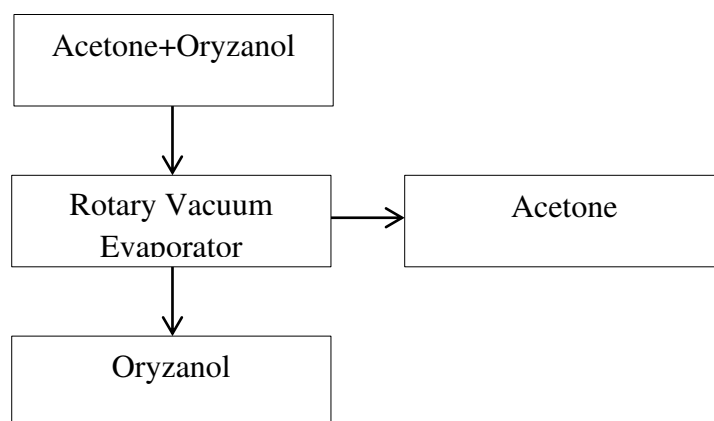
Suhu (°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Rata-rata (%yield)	Standart Deviasi
30	15	79,340	9,360
	30	44,521	7,072
	45	47,282	3,478
	60	64,333	3,317
	120	96,049	6,500
	240	94,110	1,285
	480	91,949	4,778
25	15	35,714	5,546
	30	37,163	0,353
	45	45,074	1,612
	60	52,389	1,265
	120	79,684	1,301
	240	84,211	2,137
	480	85,115	3,495
20	15	18,680	3,105
	30	48,124	3,130
	45	38,814	3,069
	60	49,419	0,314
	120	80,445	0,250
	240	87,313	2,062
	480	59,293	2,491
15	15	21,582	1,070
	30	16,682	3,755
	45	29,702	2,100
	60	50,510	1,026
	120	50,744	2,098
	240	73,801	0,430
	480	84,333	3,299



Gambar IV.10 % Yield Oryzanol Tahap 2

Tabel IV.6 dan gambar IV.10 menunjukkan % *yield* pada tahap 2 menunjukkan trend yang kurang stabil dimana ada waktu tertentu menurun. *Error bar* juga menunjukkan variasi hasil pada tahap ini. Variasi hasil terjadi pada suhu 30°C. Hal ini terjadi karena adanya *acetone* yang menguap pada saat sebelum ekstraksi sehingga hasil yang didapatkan kurang maksimal.

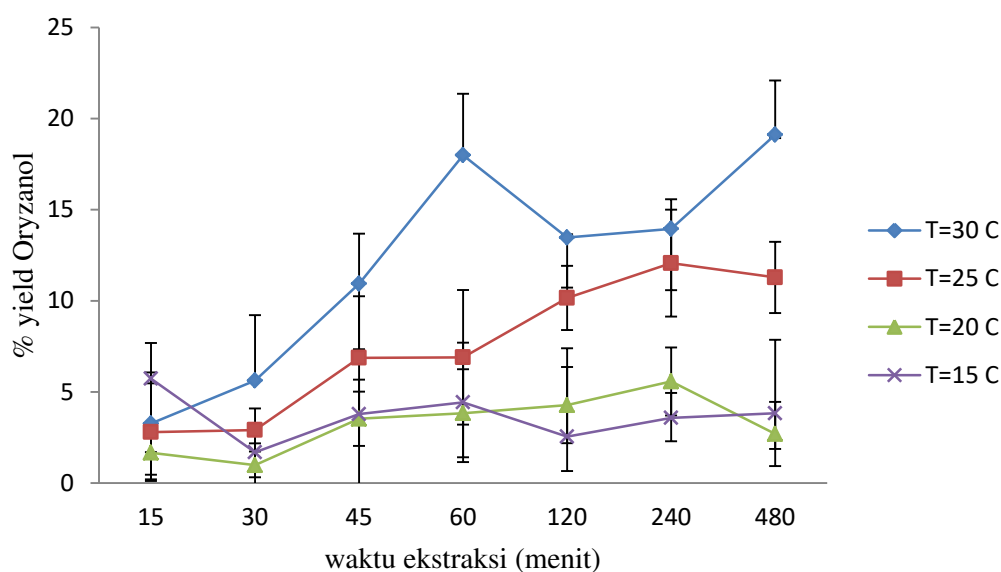
Tahap 3



Gambar IV.11 % Diagram Alir Tahap 3

Tabel IV.7 % Yield γ -oryzanol Tahap 3

Suhu (°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Rata-rata (%yield)	Standart Deviasi
30	15	3,263	2,809
	30	5,624	3,593
	45	10,939	2,749
	60	17,994	3,368
	120	13,471	0,183
	240	13,952	1,618
	480	19,115	2,978
25	15	2,794	2,678
	30	2,910	1,180
	45	6,871	3,381
	60	6,896	3,694
	120	10,157	1,760
	240	12,069	2,937
	480	11,284	1,952
20	15	1,662	1,463
	30	0,982	1,195
	45	3,527	1,487
	60	3,831	2,414
	120	4,277	2,093
	240	5,575	1,868
	480	2,692	1,758
15	15	5,728	4,038
	30	1,689	1,371
	45	3,784	4,844
	60	4,427	3,276
	120	2,548	1,887
	240	3,577	1,286
	480	3,826	1,960



Gambar IV.12 % Yield Oryzanol Tahap 3

Tabel IV.7 dan gambar IV.12 menunjukkan pada tahap 3 terlihat *error bar* yang cukup besar dari sebelumnya. Menunjukkan adanya variasi hasil pada tahap ini. Hal ini dikarenakan sedikitnya jumlah *sample* yang didapatkan, sehingga pada proses *vacuum evaporator* ada kemungkinan oryzanol tertempel pada labu.

Tabel IV.8 Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 30°C

Waktu ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Crude Biodiesel	DES	Biodiesel	Des+mixture	Masuk	Keluar
15	1.003	1.113	0.993	1.123	2.116	2.116
	1.076	1.112	0.990	1.198	2.188	2.188
	1.023	1.145	0.997	1.171	2.169	2.169
30	1.033	1.132	0.982	1.183	2.165	2.165
	1.002	1.123	0.981	1.144	2.125	2.125
	1.025	1.100	0.981	1.143	2.125	2.125
45	1.026	1.155	0.961	1.221	2.182	2.182
	1.011	1.165	0.961	1.215	2.177	2.177
	1.022	1.128	0.961	1.188	2.149	2.149
60	1.029	1.155	0.942	1.242	2.184	2.184
	1.020	1.177	0.948	1.249	2.197	2.197
	1.025	1.156	0.949	1.232	2.181	2.181
120	1.021	1.199	0.922	1.298	2.220	2.220

	1.022	1.187	0.926	1.283	2.209	2.209
	1.025	1.188	0.922	1.291	2.213	2.213
240	1.052	1.199	0.901	1.350	2.251	2.251
	1.033	1.177	0.918	1.291	2.210	2.210
	1.021	1.198	0.910	1.310	2.219	2.219
480	1.095	1.112	0.894	1.313	2.207	2.207
	1.072	1.123	0.892	1.303	2.195	2.195
	1.058	1.132	0.802	1.388	2.190	2.190

Tabel IV.9 Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 30 °C

Waktu Ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone	DES+Mixture Compounds	Acetone+oryzanol	DES	Masuk	Keluar
15	1.604	1.123	1.614	1.113	2.728	2.728
	1.712	1.198	1.798	1.112	1.712	2.910
	1.673	1.171	1.700	1.145	1.673	2.845
30	1.690	1.183	1.741	1.132	1.690	2.873
	1.635	1.144	1.656	1.123	1.635	2.779
	1.633	1.143	1.677	1.100	1.633	2.777
45	1.744	1.221	1.809	1.155	1.744	2.965
	1.736	1.215	1.786	1.165	1.736	2.952
	1.698	1.188	1.758	1.128	1.698	2.886
60	1.774	1.242	1.861	1.155	1.774	3.016
	1.784	1.249	1.856	1.177	1.784	3.033
	1.759	1.232	1.835	1.156	1.759	2.991
120	1.854	1.298	1.953	1.199	1.854	3.152
	1.833	1.283	1.929	1.187	1.833	3.116
	1.845	1.291	1.948	1.188	1.845	3.136
240	1.929	1.350	2.080	1.199	1.929	3.279
	1.845	1.291	1.960	1.177	1.845	3.136
	1.871	1.310	1.983	1.198	1.871	3.181
480	1.876	1.313	2.077	1.112	1.876	3.189
	1.861	1.303	2.041	1.123	1.861	3.164
	1.983	1.388	2.240	1.132	1.983	3.372

Tabel IV.10 Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 30°C

Waktu Ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone+Oryzanol		Acetone	Oryzanol	Masuk	Keluar
15	1.614		1.604	0.010	1.614	1.614
	1.798		1.712	0.086	1.798	1.798
	1.700		1.673	0.026	1.700	1.700
30	1.741		1.690	0.051	1.741	1.741
	1.656		1.635	0.021	1.656	1.656
	1.677		1.633	0.043	1.677	1.677
45	1.809		1.744	0.065	1.809	1.809
	1.786		1.736	0.050	1.786	1.786
	1.758		1.698	0.061	1.758	1.758
60	1.861		1.774	0.087	1.861	1.861
	1.856		1.784	0.072	1.856	1.856
	1.835		1.759	0.076	1.835	1.835
120	1.935		1.854	0.099	1.953	1.953
	1.929		1.833	0.096	1.929	1.929
	1.948		1.845	0.104	1.948	1.948
240	2.080		1.929	0,152	2.080	2.080
	1.960		1.845	0.115	1.960	1.960
	1.983		1.871	0.112	1.983	1.983
480	2.077		1.876	0.201	2.077	2.077
	2.041		1.861	0.108	2.041	2.041
	2.240		1.983	0.256	2.240	2.240

Tabel IV.11 Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 25°C

Waktu ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Crude Biodiesel	DES	Biodiesel	Des+mixture	Masuk	Keluar
15	1.011	1.111	0.991	1.131	2.122	2.122
	1.072	1.112	0.995	1.189	2.184	2.184
	1.023	1.112	0.991	1.145	2.135	2.135
30	1.009	1.122	0.988	1.143	2.131	2.131

	1.002	1.123	0.988	1.137	2.125	2.125
	1.011	1.132	0.998	1.145	2.143	2.143
45	1.021	1.125	0.988	1.159	2.147	2.147
	1.011	1.110	0.988	1.133	2.121	2.121
	1.053	1.117	0.988	1.181	2.169	2.169
60	1.024	1.121	0.977	1.168	2.145	2.145
	1.000	1.124	0.987	1.136	2.124	2.124
	1.025	1.156	0.977	1.204	2.181	2.181
120	1.033	1.111	0.955	1.188	2.143	2.143
	1.012	1.129	0.950	1.190	2.140	2.140
	1.045	1.138	0.951	1.232	2.183	2.183
240	1.022	1.139	0.930	1.231	2.161	2.161
	1.073	1.117	0.926	1.264	2.190	2.190
	1.021	1.128	0.929	1.220	2.149	2.149
480	1.004	1.142	0.898	1.248	2.146	2.146
	1.035	1.113	0.892	1.257	2.148	2.148
	1.004	1.142	0.893	1.253	2.146	2.146

Tabel IV.12 Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 25°C

Waktu Ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone	DES+Mixture Compounds	Acetone+ oryzanol	DES	Masuk	Keluar
15	1.616	1.131	1.636	1.111	2.747	2.747
	1.699	1.189	1.776	1.112	2.888	2.888
	1.635	1.145	1.667	1.112	2.780	2.780
30	1.633	1.143	1.654	1.122	2.776	2.776
	1.624	1.137	1.638	1.123	2.762	2.762
	1.636	1.145	1.649	1.132	2.781	2.781
45	1.655	1.159	1.689	1.125	2.814	2.814
	1.618	1.133	1.641	1.110	2.751	2.751
	1.687	1.181	1.752	1.117	2.868	2.868
60	1.669	1.168	1.715	1.121	2.837	2.837
	1.623	1.136	1.636	1.124	2.760	2.760
	1.719	1.204	1.767	1.156	2.923	2.923
120	1.697	1.188	1.774	1.111	2.885	2.885
	1.700	1.190	1.761	1.129	2.890	2.890
	1.760	1.232	1.855	1.138	2.992	2.992
240	1.758	1.231	1.850	1.139	2.989	2.989
	1.805	1.264	1.953	1.117	3.069	3.069
	1.743	1.220	1.835	1.128	2.964	2.964

480	1.783	1.248	1.888	1.142	3.031	3.031
	1.795	1.257	1.939	1.113	3.052	3.052
	1.789	1.253	1.900	1.142	3.042	3.042

Tabel IV.13 Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 25°C

Waktu ekstraksi	Komponen Masuk	Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone+oryzanol	Acetone	Oryzanol	Masuk	Keluar
15	1.636	1.616	0.020	1.636	1.636
	1.776	1.699	0.077	1.776	1.776
	1.667	1.635	0.032	1.667	1.667
30	1.654	1.633	0.021	1.654	1.654
	1.638	1.624	0.014	1.638	1.638
	1.649	1.636	0.013	1.649	1.649
45	1.689	1.655	0.033	1.689	1.689
	1.641	1.618	0.023	1.641	1.641
	1.752	1.687	0.065	1.752	1.752
60	1.715	1.669	0.047	1.715	1.715
	1.636	1.623	0.013	1.636	1.636
	1.767	1.719	0.048	1.767	1.767
120	1.774	1.697	0.077	1.774	1.774
	1.761	1.700	0.061	1.761	1.761
	1.855	1.760	0.094	1.855	1.855
240	1.850	1.758	0.092	1.850	1.850
	1.953	1.805	0.147	1.953	1.953
	1.835	1.743	0.092	1.835	1.835
480	1.888	1.783	0.106	1.888	1.888
	1.939	1.795	0.144	1.939	1.939
	1.900	1.789	0.110	1.900	1.900

Tabel IV.14 Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 20°C

Waktu ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Crude Biodiesel	DES	Biodiesel	Des+mixture	Masuk	Keluar
15	1.001	1.183	0.991	1.193	2.184	2.184
	1.021	1.125	0.991	1.156	2.147	2.147
	1.011	1.154	0.991	1.174	2.165	2.165
30	1.051	1.182	0.998	1.236	2.234	2.234
	1.003	1.136	0.998	1.141	2.140	2.140
	1.025	1.183	0.998	1.210	2.208	2.208

45	1.026	1.152	0.999	1.180	2.179	2.179
	1.055	1.127	0.999	1.184	2.182	2.182
	1.027	1.118	0.999	1.146	2.145	2.145
60	1.027	1.183	0.988	1.222	2.210	2.210
	1.000	1.123	0.989	1.134	2.123	2.123
	1.005	1.162	0.988	1.180	2.168	2.168
120	1.017	1.159	0.986	1.190	2.176	2.176
	1.014	1.164	0.985	1.193	2.178	2.178
	1.054	1.163	0.985	1.232	2.217	2.217
240	1.027	1.174	0.973	1.228	2.201	2.201
	1.073	1.173	0.973	1.274	2.247	2.247
	1.026	1.142	0.973	1.195	2.168	2.168
480	1.004	1.152	0.998	1.158	2.156	2.156
	1.025	1.184	0.992	1.217	2.209	2.209
	1.026	1.174	0.999	1.200	2.200	2.200

Tabel IV.15 Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 20°C

Waktu Ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone	DES+Mixture Compounds	Acetone+ oryzanol	DES	Masuk	Keluar
15	1.705	1.193	1.715	1.183	2.898	2.898
	1.651	1.156	1.681	1.125	2.806	2.806
	1.677	1.174	1.697	1.154	2.851	2.851
30	1.765	1.236	1.818	1.182	3.001	3.001
	1.631	1.141	1.636	1.136	2.772	2.772
	1.728	1.210	1.755	1.183	2.937	2.937
45	1.686	1.180	1.713	1.152	2.865	2.865
	1.691	1.184	1.747	1.127	2.874	2.874
	1.637	1.146	1.665	1.118	2.783	2.783
60	1.746	1.222	1.785	1.183	2.968	2.968
	1.621	1.134	1.632	1.123	2.755	2.755
	1.686	1.180	1.703	1.162	2.865	2.865
120	1.700	1.190	1.732	1.159	2.891	2.891
	1.704	1.193	1.733	1.164	2.897	2.897
	1.760	1.232	1.829	1.163	2.992	2.992
240	1.754	1.228	1.808	1.174	2.982	2.982
	1.820	1.274	1.921	1.173	3.094	3.094
	1.708	1.195	1.761	1.142	2.903	2.903
480	1.654	1.158	1.659	1.152	2.811	2.811
	1.739	1.217	1.772	1.184	2.956	2.956
	1.715	1.200	1.742	1.174	2.915	2.915

Tabel IV.16 Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 20°C

Waktu ekstraksi	Komponen Masuk	Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone+oryzanol	Acetone	Oryzanol	Masuk	Keluar
15	1.715	1.705	0.010	1.715	1.715
	1.681	1.651	0.030	1.681	1.681
	1.697	1.677	0.020	1.697	1.697
30	1.818	1.765	0.053	1.818	1.818
	1.636	1.631	0.005	1.636	1.636
	1.755	1.728	0.027	1.755	1.755
45	1.713	1.686	0.028	1.713	1.713
	1.747	1.691	0.056	1.747	1.747
	1.665	1.637	0.028	1.665	1.665
60	1.785	1.746	0.039	1.785	1.785
	1.632	1.621	0.011	1.632	1.632
	1.703	1.686	0.017	1.703	1.703
120	1.732	1.700	0.032	1.732	1.732
	1.733	1.704	0.029	1.733	1.733
	1.829	1.760	0.069	1.829	1.829
240	1.808	1.754	0.054	1.808	1.808
	1.921	1.820	0.101	1.921	1.921
	1.761	1.708	0.053	1.761	1.761
480	1.659	1.654	0.006	1.659	1.659
	1.772	1.739	0.034	1.772	1.772
	1.742	1.715	0.027	1.742	1.742

Tabel IV.17 Neraca Massa Tahap 1 pada variable suhu 15°C

Waktu ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Crude Biodiesel	DES	Biodiesel	Des+mixture	Masuk	Keluar
15	1.033	1.111	0.991	1.152	2.1432	2.1432
	1.012	1.129	0.991	1.149	2.1402	2.1402
	1.045	1.138	0.991	1.192	2.1829	2.1829
30	1.004	1.152	0.998	1.158	2.1556	2.1556
	1.025	1.184	0.998	1.211	2.2088	2.2088
	1.026	1.174	0.998	1.202	2.1998	2.1998
45	1.017	1.159	0.999	1.177	2.1758	2.1758
	1.014	1.164	0.999	1.179	2.178	2.1780
	1.054	1.163	0.999	1.218	2.2172	2.2172
60	1.027	1.174	0.988	1.213	2.2009	2.2009
	1.035	1.113	0.989	1.160	2.1483	2.1483

	1.004	1.142	0.988	1.158	2.1459	2.1459
120	1.001	1.183	0.986	1.199	2.1842	2.1842
	1.021	1.125	0.985	1.161	2.1465	2.1465
	1.011	1.154	0.985	1.180	2.1647	2.1647
240	1.009	1.122	0.973	1.158	2.131	2.1310
	1.002	1.123	0.973	1.153	2.1252	2.1252
	1.011	1.132	0.973	1.170	2.1434	2.1434
480	1.026	1.152	0.998	1.181	2.1787	2.1787
	1.055	1.127	0.992	1.191	2.1824	2.1824
	1.027	1.118	0.999	1.145	2.1448	2.1448

Tabel IV.18 Neraca Massa Tahap 2 pada variable suhu 15°C

Waktu Ekstraksi	Komponen Masuk		Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone	DES+Mixture Compounds	Acetone+ oryzanol	DES	Masuk	Keluar
15	1.646	1.152	1.688	1.111	2.7984	2.7984
	1.642	1.149	1.662	1.129	2.7910	2.7910
	1.703	1.192	1.757	1.138	2.8948	2.8948
30	1.654	1.158	1.659	1.152	2.8111	2.8111
	1.730	1.211	1.757	1.184	2.9403	2.9403
	1.717	1.202	1.745	1.174	2.9182	2.9182
45	1.681	1.177	1.700	1.159	2.8584	2.8584
	1.685	1.179	1.700	1.164	2.8637	2.8637
	1.741	1.218	1.795	1.163	2.9589	2.9589
60	1.733	1.213	1.773	1.174	2.9463	2.9463
	1.657	1.160	1.703	1.113	2.8161	2.8161
	1.655	1.158	1.671	1.142	2.8127	2.8127
120	1.712	1.199	1.728	1.183	2.9111	2.9111
	1.659	1.161	1.695	1.125	2.8207	2.8207
	1.685	1.180	1.711	1.154	2.8648	2.8648
240	1.654	1.158	1.690	1.122	2.8123	2.8123
	1.647	1.153	1.676	1.123	2.7992	2.7992
	1.672	1.170	1.711	1.132	2.8426	2.8426
480	1.687	1.181	1.715	1.152	2.8674	2.8674
	1.701	1.191	1.765	1.127	2.8919	2.8919
	1.636	1.145	1.664	1.118	2.7818	2.7818

Tabel IV.19 Neraca Massa Tahap 3 pada variable suhu 15°C

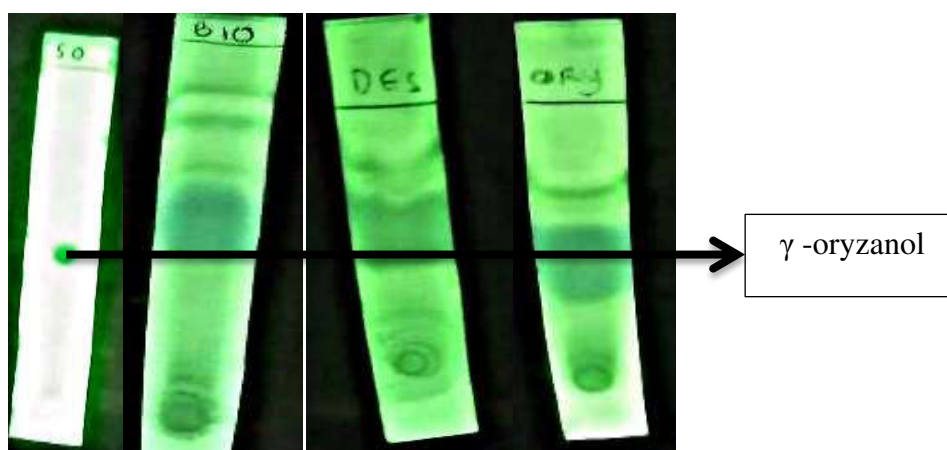
Waktu ekstraksi	Komponen Masuk	Komponen Keluar		Total Neraca Massa	
	Acetone+ory	Acetone	Oryzanol	Masuk	Keluar
15	1.688	1.646	0.042	1.6877	1.6877
	1.662	1.642	0.021	1.6623	1.6623
	1.757	1.703	0.054	1.7572	1.7572
30	1.659	1.654	0.006	1.6591	1.6591
	1.757	1.730	0.027	1.7567	1.7567
	1.745	1.717	0.028	1.7446	1.7446
45	1.700	1.681	0.018	1.6997	1.6997
	1.700	1.685	0.015	1.6999	1.6999
	1.795	1.741	0.055	1.7955	1.7955
60	1.773	1.733	0.039	1.7725	1.7725
	1.703	1.657	0.046	1.7029	1.7029
	1.671	1.655	0.016	1.6706	1.6706
120	1.728	1.712	0.015	1.7279	1.7279
	1.695	1.659	0.036	1.6954	1.6954
	1.711	1.685	0.026	1.7111	1.7111
240	1.690	1.654	0.036	1.6903	1.6903
	1.676	1.647	0.029	1.6760	1.6760
	1.711	1.672	0.038	1.7105	1.7105
480	1.715	1.687	0.028	1.7150	1.7150
	1.765	1.701	0.063	1.7646	1.7646
	1.664	1.636	0.027	1.6635	1.6635

Dapat diketahui bahwa data neraca massa dari tahap 1 hingga tahap 3 untuk setiap variable suhu dan waktu pada jumlah massa masuk maupun keluar adalah bernilai sama. Neraca Massa ini digunakan sebagai dasaran perhitungan % yield oryzanol serta untuk mengetahui massa oryzanol tiap melakukan *Running*.

IV.2.2 Hasil Uji Kualitatif Ekstraksi γ -oryzanol Menggunakan DES

Hasil Ekstraksi terbaik yakni suhu 30°C selama 480 menit dilakukan uji kualitatif, yaitu *Thin Layer Chromatography* (TLC) dan *FTIR* (*Fourier Transform Infrared*). *Thin Layer Chromatography* (TLC) digunakan untuk mengetahui adanya aktivitas antioksidan pada *sample*. *Thin Layer Chromatography* (TLC) merupakan suatu teknik pemisahan atas dasar perbedaan sifat fisik dan kimiawi dari zat penyusun suatu campuran. *Thin Layer Chromatography* (TLC) didasari oleh sifat polaritas yang

menunjukkan adanya pemisahan kutub muatan positif dan negatif dari suatu molekul sebagai akibat terbentuknya konfigurasi tertentu dari atom-atom penyusunnya. Dengan demikian molekul tersebut dapat tertarik oleh molekul yang lain yang juga mempunyai polaritas sama. Berikut hasil uji *Thin Layer Chromatography* (TLC) yang didapatkan dari hasil ekstraksi terbaik yakni Biodiesel, DES, dan Oryzanol terecovery :

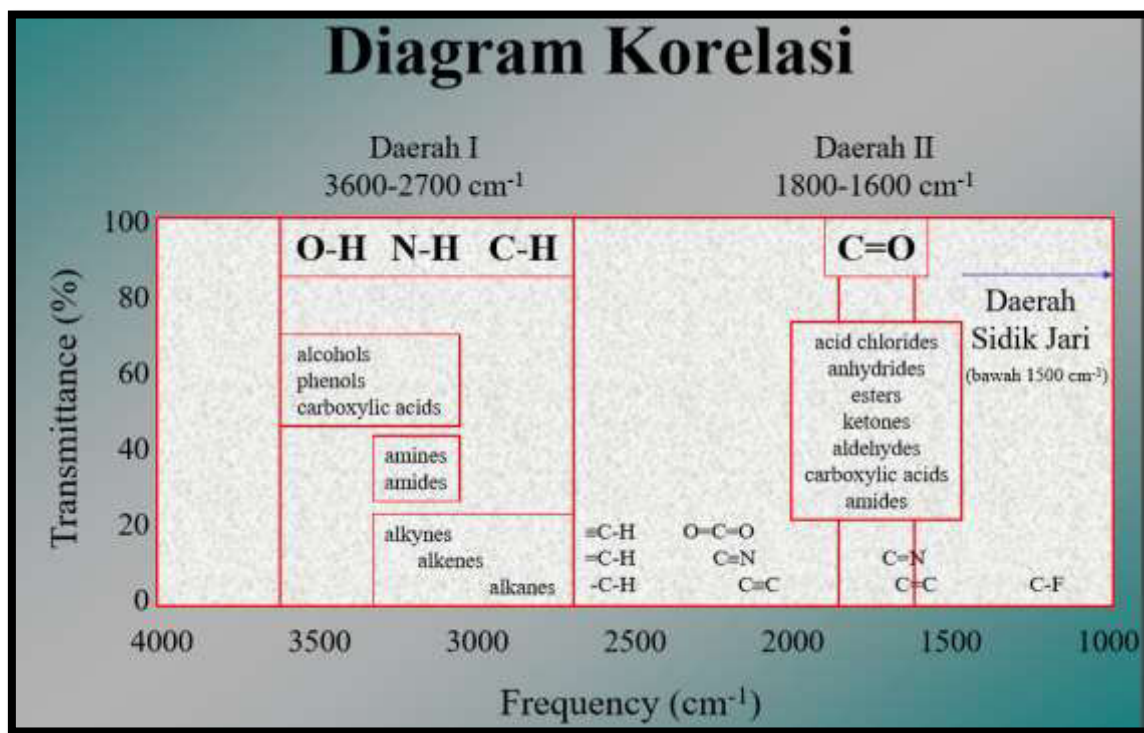


Gambar IV.13 Hasil Uji *Thin Layer Chromatography* (TLC) pada γ -oryzanol standart, biodiesel, DES dan γ -oryzanol hasil ekstraksi

Dari Gambar VI.7 dapat dilihat adanya aktivitas antioksidan oryzanol pada biodiesel, DES dan γ -oryzanol terecovery hasil ekstraksi 480 menit pada suhu 30°C. Hal ini dapat diketahui dengan membandingkan γ -oryzanol standart yang digunakan sebagai acuan. Adanya γ -oryzanol pada biodiesel dan oryzanol hasil ekstraksi menunjukkan bahwa γ -oryzanol berhasil terekstrak, namun γ -oryzanol yang terekstrak belum sempurna karena masih ada yang tertinggal dalam DES.

Selain melakukan uji *Thin Layer Chromatography* (TLC) dilakukan juga uji spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Metode spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*), yaitu metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk analisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode absorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dilakukan pada hasil ekstraksi terbaik yakni suhu 30°C selama 480 menit untuk mengetahui adanya ikatan kimia phenolik ada sample hasil ekstraksi yang menunjukkan adanya aktivitas γ -oryzanol. Dalam pembacaan hasil FTIR (*Fourier Transform*

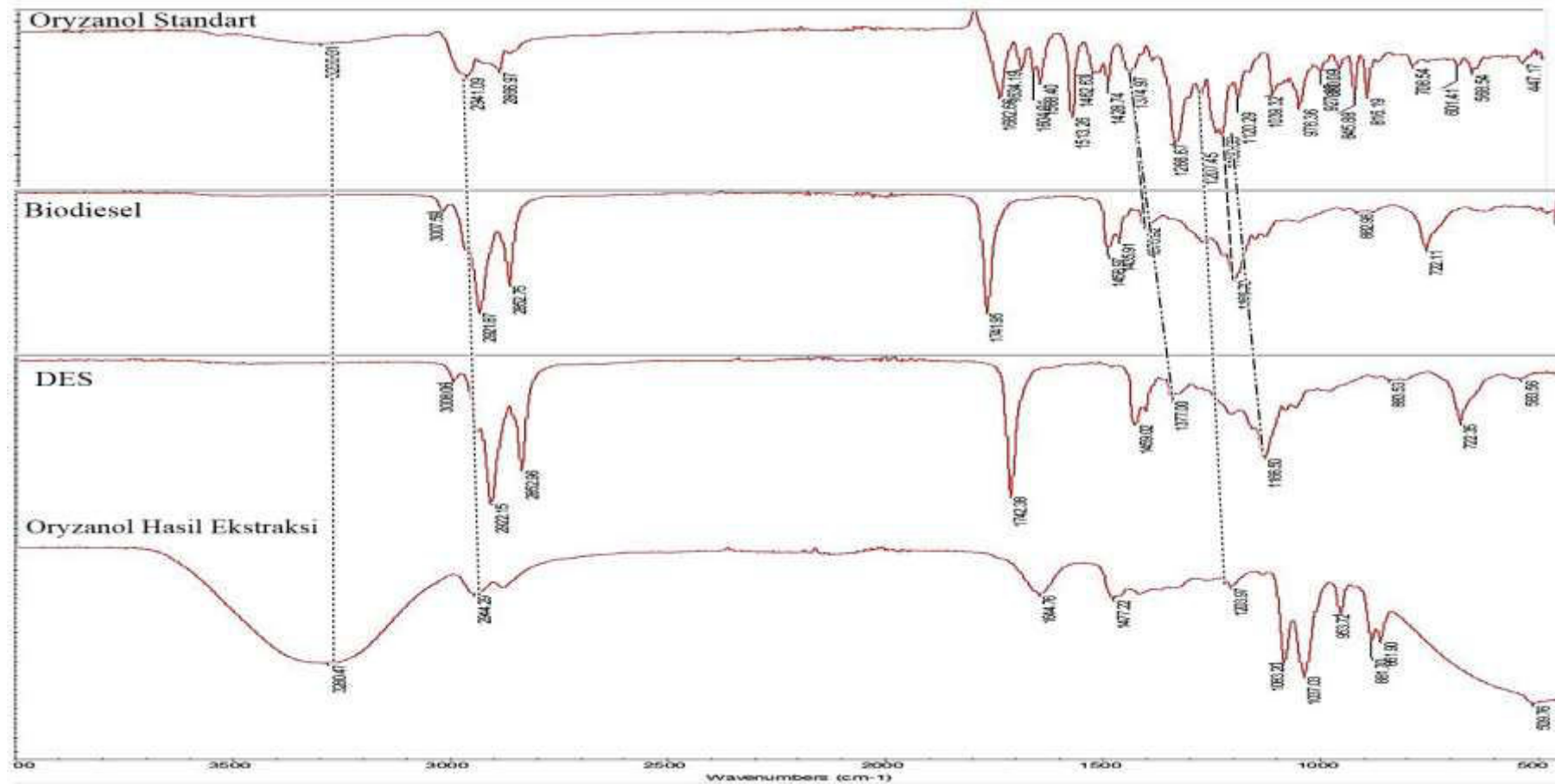
Infrared) diperlukan diagram korelasi sebagai petunjuk membaca adanya ikatan kimia phenolik tersebut. Berikut diagram korelasi Pembacaan *FTIR* (*Fourier Transform Infrared*) :



Gambar IV.14 Diagram Korelasi Pembacaan *FTIR* (*Fourier Transform Infrared*)

(Sumber : “Metode Spektroskopi Inframerah Untuk Analisis Material“ Ahmad Mudzakir , UPI Bandung)

γ -Oryzanol mempunyai aktivitas yang tinggi sebagai antioksidan, bahkan empat kali lebih efektif menghentikan oksidasi dalam jaringan tubuh dibanding vitamin E. Hal ini disebabkan karena γ -oryzanol gugus hidroksil yang merupakan antioksidan asam penolik. (Patel dkk, 2004). Berdasarkan pernyataan Patel,dkk , Dapat diketahui bahwa gugus khas oryzanol adalah gugus-OH. maka hasil *FTIR* (*Fourier Transform Infrared*) dari γ -oryzanol untuk uji kualitatif terfokus pada frekuensi 3500 – 3250 cm⁻¹ dan transmittan 50-100% karena pada peak range tersebut senyawa yang mengandung -OH membuat getaran/gelombang. Selain itu juga dilakukan perbandingan struktur kemiripan *peak* biodiesel, DES dan produk kaya oryzanol. Berikut hasil *FTIR* (*Fourier Transform Infrared*) yang telah dilakukan pada Hasil Ekstraksi terbaik yakni suhu 30°C selama 480 menit :



Gambar IV.15 Hasil FTIR (*Fourier Transform Infrared*) Biodiesel, DES, dan γ -Oryzanol hasil Ekstraksi suhu 30°C dengan waktu Ekstraksi selama 480 menit

Gambar IV.15 dapat disimpulkan bahwa adanya kandungan senyawa phenolik pada biodiesel, DES dan γ -Oryzanol *recovery* karena pada frekuensi $3500 - 3250 \text{ cm}^{-1}$ dan transmitan 50-100% terlihat jelas adanya getaran/gelombang yang dibentuk oleh senyawa yang mengandung gugus hidroksil. Kemudian pada beberapa peak tertentu menunjukkan kemiripan dengan γ -Oryzanol standart . Hal ini menunjukkan secara kualitatif adanya ikatan oryzanol pada sampel tersebut, Selain itu dilakukan perbandingan hasil kandungan uji *FTIR (Fourier Transform Infrared)* pada frekuensi $3500 - 3250 \text{ cm}^{-1}$ dan transmitan 50-100% pada oryzanol standart.

BAB V

KESIMPULAN

V.1 Kesimpulan

Analisa spektrofotometri sebagai uji kuantitatif menunjukkan hasil terbaik ekstraksi pada suhu 30°C selama 480 menit dengan % yield total sebesar 60,597%. Pada perhitungan % yield oryzanol tiap tahap hasil terbesar juga didapatkan pada kondisi ekstraksi suhu 30°C selama 480 menit, yaitu tahap 1 sebesar 98,234%, tahap 2 sebesar 97,657%. dan tahap 3 sebesar 22,422 %. Analisa *FTIR (Fourier Transform Infrared)* dan *Thin Layer Chromatography (TLC)* yang dilakukan untuk uji kualitatif pada hasil terbaik tersebut membuktikan adanya oryzanol pada biodiesel, Oryzanol hasil ekstraksi dan DES pada hasil ekstraksi 480 menit suhu 30°C.

V.II Saran

1. Sebaiknya dilakukan uji spektrofotometri tiap tahap untuk mengetahui oryzanol yang hilang secara pasti dan cara menanggulangi hal tersebut.
2. Perbandingan CHCl_3 :Ethylene Glikol untuk pembuatan *Deep Eutetic Solvent* yang digunakan ekstraksi agar dibuat variabel bebas sehingga dapat diketahui perbedaan *yield* oryzanol yang terekstraksi dan perbandingan optimum DES untuk mengekstrak oryzanol.
3. Melihat uji *Thin Layer Chromatography (TLC)* dan *FTIR (Fourier Transform Infrared)* bahwa masih ada γ -oryzanol yang tertinggal dalam DES, maka perlu dilakukan variabel bebas pada waktu *recovery* γ -oryzanol dengan acetone untuk mendapatkan hasil yang terbaik .

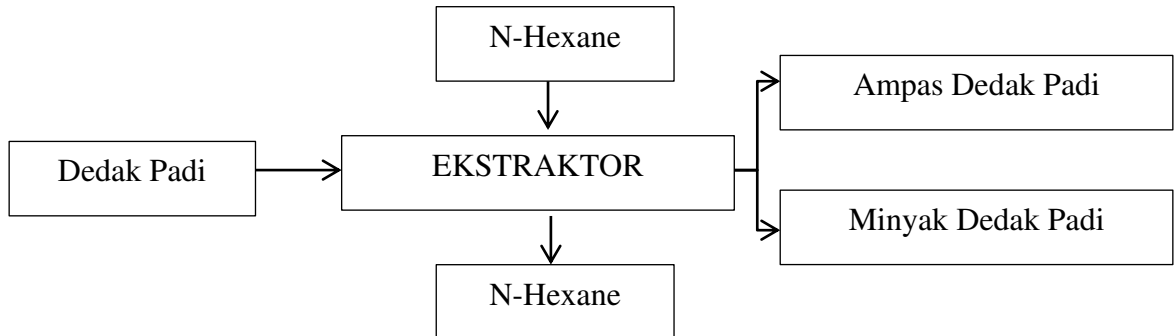
DAFTAR PUSTAKA

- Abbot, Andy, (2008) "Deep Eutectic Solvent ppt", Chemistry Department, University of Leicester, United Kingdom. hal. 10
- Abbot, A. P, Capper G, Davies DL, Rasheed RK dan Tambyrajah V, (2003), "Novel solvent properties of choline chloride/urea mixtures", *Chem Commun (Camb)*, Vol. 1, hal. 70-71.
- Abbot, A. P, Boothby D, Capper G, Davies DL, Rasheed RK, (2004), "Deep eutectic solvents formed between choline chloride and carboxylic acids: versatile alternatives to ionic liquids", *J Am Chem Soc*, Vol. 126, hal. 9142-9147.
- Abbot, A. P, Paul M. Cullis, Manda J. Gibson, Robert C. Harris dan Emma Raven, (2007), "Extraction of glycerol from biodiesel into a eutectic based ionic liquid", *Green Chemistry*, Vol. 9, hal. 868-872.
- Abbot, A. P, Robert C. Harris, Karl S. Ryder, Carmine D'Agostino, Lynn F. Gladden dan Mick D. Mantle, (2011), "Glycerol eutectics as sustainable solvent systems", *Green Chemistry*, Vol. 13, hal. 82-90.
- Goffman, F.D., 2003. "Genetic diversity for Lipid Content and Fatty Acid Profile in Rice Bran", *J. Am. Oil Chem. Soc.* 80:485- 490
- Graf, E., (1992), "Antioxidant potential of ferulic acid", *Free Radical Biology & Medicine*, Vol 13, hal. 435-448
- Ibrahim. 2009. Ekstraksi. Bandung: Sekolah Farmasi ITB Khopkar, s.m. 1990.konsep dasar kimia analitik.
- Ishihara, M., and Y. Ito.(1982). "Clinical effect of gamma-oryzanol on climacteric disturbance on serum lipid peroxides". *Nippon Sanka Fujinka Gakkai Zasshi* 1982 Feb,34(2):, hal. 243-251.
- Juliano, C. Cossu, M. Alamanni, M.C, Piu, L., (2005), "Antioxidant activity of gamma-oryzanol: Mechanism of action and its effect on oxidative stability of pharmaceutical oils", *Journal of Pharmaceutical* 299, hal.146-154
- Kasim, N.S. Chen, H. Ju, H.S., (2007), "Recovery of γ -oryzanol from biodiesel residue", *Chinese Institute of Chemical Engineering* 38, hal. 29-234
- Nakayama S, Manabe A, Suzuki J, Sakamoto K, Inagaki T.(1987),"Comparative effects of two forms of gamma oryzanol in different sterol compositions on hyperlipidemia induced by cholesterol diet in rats". *Jpn J Pharmacol* 44, hal.135-144.

- Nasir S, Fitriyanti, Kamila H. “Ekstraksi dedak padi menjadi minyak mentah dedak padi (crude rice bran oil) dengan menggunakan pelarut n-hexane dan ethanol”. Jurnal Rekayasa Sriwijaya 2009:18(1):37-44
- Narayan, A.V. Barhate, R.S. Raghavaro, K.S.M.S., (2006), “Extraction and Purification of Oryzanol from Rice Bran Oil and Rice Bran Oil Soapstock”, JAOCS 83,hal. 663-670
- Patel, M., & Naik, S. N., 2004, Gamma-oryzanol from Rice Bran Oil – A review, Journal of Scientific and Industrial Research, 63, 569-578.
- Rachmaniah, Orchidea, Yi-Hsu,dkk “Potensi Minyak Mentah Dedak Padi sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel” Chemical Engineering Department, National Taiwan University of Science and Technology, 43 Sec.4 Keelung Rd., Taipei 106-107, TAIWAN.
- Shahbaz K, Mjalli F. S, Hashim M. A, Al Nashef I. M, (2010), “Using deep eutectic solvents for the removal of glycerol from palm oil-based biodiesel”. *J Appl Sci*, Vol. 10, hal 3349–3354.
- Scavariello, E.M.S and D.B. Arellano, 1998, Gamma-Oryzanol: An Important Component In Rice Bran Oil:, Archivos Latinoamericanos De Nutricion. Vol. 48
- Tsuchiya, T. Kaneko, R. Tanaka, A., (1958), “Separation of oryzanol from rice bran oil or rice embryo oil”, *Japanese Patent*, 71, hal. 5758
- Xu, Z. Godber, S., (2000), “Comparison of Supercritical Fluid and Solvent Extraction methods in extracting γ -oryzanol from rice bran”, JAOCS 77, no 5
- Xu, Z. Godber, S., (2001), “ Antioxidant activities of major component of γ -oryzanol from rice bran using a linoleic acid model”, JAOCS 78, hal. 645-649
- Zhang, Qinghua, Karine De Oliveira Vigier, Sebastien Royer dan Francois Jerome, (2012), “Deep eutectic solvents: syntheses, properties and applications”, *Chem Soc Rev*.
- Zullaikah, S. Lai, C.C. Vali, S.R dan Ju, Y.H., (2005), “A two-step acid-catalyzed process for the production of biodiesel from rice bran oil”, Bioresource Technology, 96, hal. 1889-1896
- Zullaikah, S. Melwita, E. Ju, H.S., (2009), “Isolation of oryzanol from crude rice bran oil”, Bioresource Technology 100, hal. 299-302

APPENDIKS A

1. Menghitung % Yield Minyak Dedak Padi :



Gambar A.1 Ekstraksi Minyak Dedak Padi

Rumus menghitung % Yield minyak dedak padi :

$$\%Yield \text{ minyak dedak padi} = \frac{(\text{Massa minyak dedak (gram)})}{\text{Massa dedak (gram)}} \times 100\%$$

Contoh perhitungan diambil dari RUN 1 diketahui bahwa :

massa minyak dedak padi = 8,122 gram

massa dedak = 50 gram

massa minyak dedak

$$\% \text{ yield minyak dedak padi} = \frac{8,122 \text{ gram}}{50 \text{ gram}} \times 100\% = 15,246\%$$

- Dengan perhitungan yang sama untuk Run lainnya

Tabel A.1 Yield Minyak Dedak Padi :

	Massa dedak padi (g)	Massa Minyak Dedak Padi (g)	Yield (%)
RUN 1	47,433	7,039	14,84
RUN 2	45,000	6,498	14,44
RUN 3	52,756	7,761	14,711

Jadi, % Yield minyak dedak padi yang didapatkan dari ekstraksi dedak padi sebesar $14,663 \pm 0,204 \%$.

2. Menghitung Densitas Minyak Dedak Padi :

Berat pikno kosong = 11,2468 g

Berat pikno isi = 20,2739 g

Volume = 10 ml

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$\rho = \frac{\text{Berat pikno isi} - \text{berat pikno kosong}}{\text{volume}}$$

$$\rho = \frac{(20,2739 \text{ g} - 11,2486 \text{ g})}{10 \text{ ml}}$$

$$\rho = 0,90253 \text{ g/ml}$$

Jadi, Densitas minyak dedak padi yang didapatkan sebesar 0,90253 g/mL

3. Menghitung kadar FFA minyak dedak padi :

Kandungan asam lemak bebas sebagai asam oleat ditentukan berdasarkan jurnal I.H Rukunudin JAOCS, vol 75, no.5 (1998) “A modified Method for Determining Free Fatty Acids from Small Soybean Oil Sample Sizes”. Dalam analisa, berat sampel dan konsentrasi reagen ditentukan berdasarkan Tabel A.2.

Tabel A.2 Berat sampel dan konsentrasi reagen yang digunakan untuk menghitung % FFA

FFA Range (%)	Weight oil sample (g)	Volume of Ethyl Alcohol (mL)	Normality of NaOH (N)
0,01-0,2	5,64	5,0	0,013
0,20-1,0	2,82	5,0	0,013
1,00-30,0	0,70	7,5	0,031
30,00-50,0	0,70	10,0	0,13
50,00-100,00	0,35	10,0	0,125

*FFA, Free fatty Acid

Diperkirakan kandungan asam lemak bebas dalam Minyak dedak padi sebesar 1,00 – 30,00 (%), sehingga berat sampel yang digunakan adalah 0,70 gram, volume ethanol 7.5 ml dan konsentrasi NaOH adalah 0.031 N. Dari AOCS Official Method Ca 5a-40 (2) diperoleh rumus untuk menghitung %FFA sebagai berikut :

$$\%FFA = \frac{\text{Volume alkali (ml)} \times \text{Normalitas alkali} \times 28,2}{\text{Berat sampel (g)}}$$

$$\begin{aligned}\%FFA &= \frac{17,2 \times 0,031 \times 28,2}{0,7} \\ &= 21,34 \%\end{aligned}$$

Tabel A.3 FFA Minyak Dedak Padi :

	Volume Alkali (mL)	Normalitas Alkali (N)	Berat Sample (gram)	%FFA
RUN 1	17,2	0,031	0,7	21,34
RUN 2	17	0,031	0,7	21,23
RUN 3	17	0,031	0,7	21,23

Jadi %FFA Minyak Dedak Padi yang didapatkan sebesar $21,36 \pm 0,132 \%$

4. Menghitung Yield Crude Biodiesel

$$\text{Yield Crude Biodiesel} = \frac{\text{Massa Crude Biodiesel}}{\text{Massa dedak yang digunakan}} \times 100\%$$

$$\text{Yield Crude Biodiesel} = \frac{220 \text{ gram}}{300 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Yield Crude Biodiesel} = 73,33\%$$

5. Menghitung Densitas Crude Biodiesel Minyak Dedak Padi :

$$\text{Berat pikno kosong} = 11,3259 \text{ g}$$

$$\text{Berat pikno isi} = 19,6857 \text{ g}$$

$$\text{Volume} = 10 \text{ ml}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$\begin{aligned}
&= \frac{\text{berat pikno isi} - \text{berat pikno kosong}}{\text{volume}} \\
&= \frac{11,6857 \text{ g} - 11,3259 \text{ g}}{10 \text{ ml}} \\
&= 0,83592 \frac{\text{g}}{\text{ml}}
\end{aligned}$$

Jadi, Densitas Crude Biodiesel dedak padi yang didapatkan sebesar 0,83592 g/mL

6. Menghitung kadar FFA Crude Biodiesel

Kandungan asam lemak bebas sebagai asam oleat ditentukan berdasarkan jurnal I.H Rukunudin JAOCS, vol 75, no.5 (1998) “*A modified Method for Determining Free Fatty Acids from Small Soybean Oil Sample Sizes*”. Dalam analisa, berat sampel dan konsentrasi reagen ditentukan berdasarkan Tabel A.2. Dalam *Crude Biodiesel* sebesar 1,00 – 30,00 (%), sehingga berat sampel yang digunakan adalah 0,70 gram, volume ethanol 7.5 ml dan konsentrasi NaOH adalah 0.031 N. Dari AOCS Official Method Ca 5a-40 (2) diperoleh rumus untuk menghitung %FFA sebagai berikut :

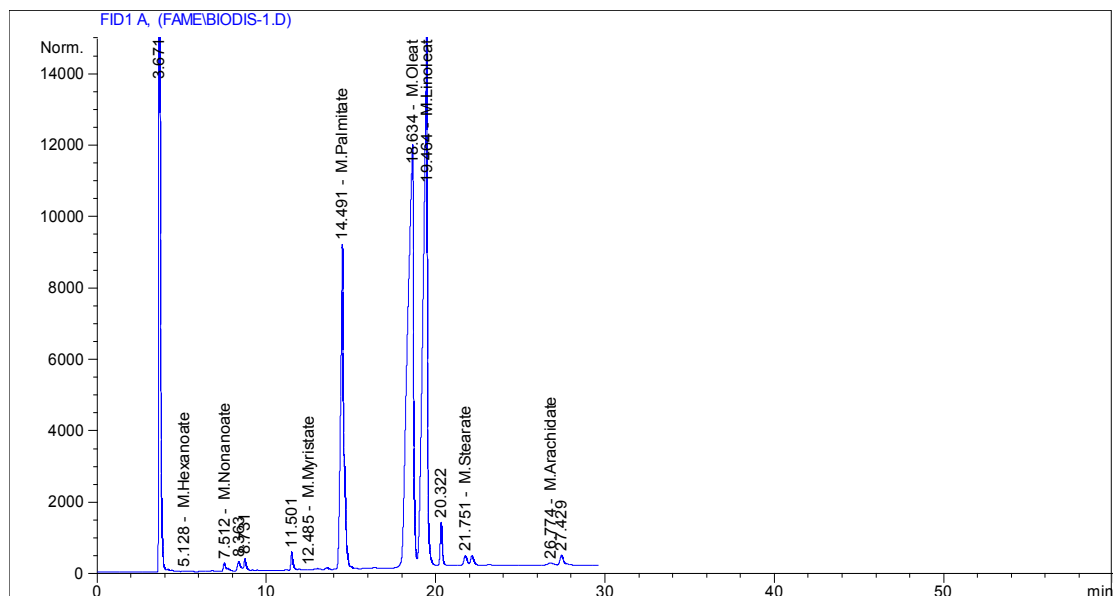
$$\begin{aligned}
\%FFA &= \frac{\text{Volume alkali (ml)} \times \text{Normalitas alkali} \times 28,2}{\text{Berat sampel (g)}} \\
\%FFA &= \frac{0,78 \times 0,031 \times 28,2}{0,7} \\
&= 0,974 \%
\end{aligned}$$

Tabel A.4 %FFA Crude Biodiesel Dedak Padi

	Volume Alkali (mL)	Normalitas Alkali (N)	Berat Sample (gram)	%FFA
RUN 1	0,78	0,031	0,7	0,974
RUN 2	0,75	0,031	0,7	0,937
RUN 3	0,79	0,031	0,7	0,998

Jadi %FFA Crude Biodiesel Minyak Dedak Padi yang didapatkan sebesar $0,99 \pm 0,02\%$.

7. Menghitung Kandungan % FAME (Fatty Acid Methyl Ester)

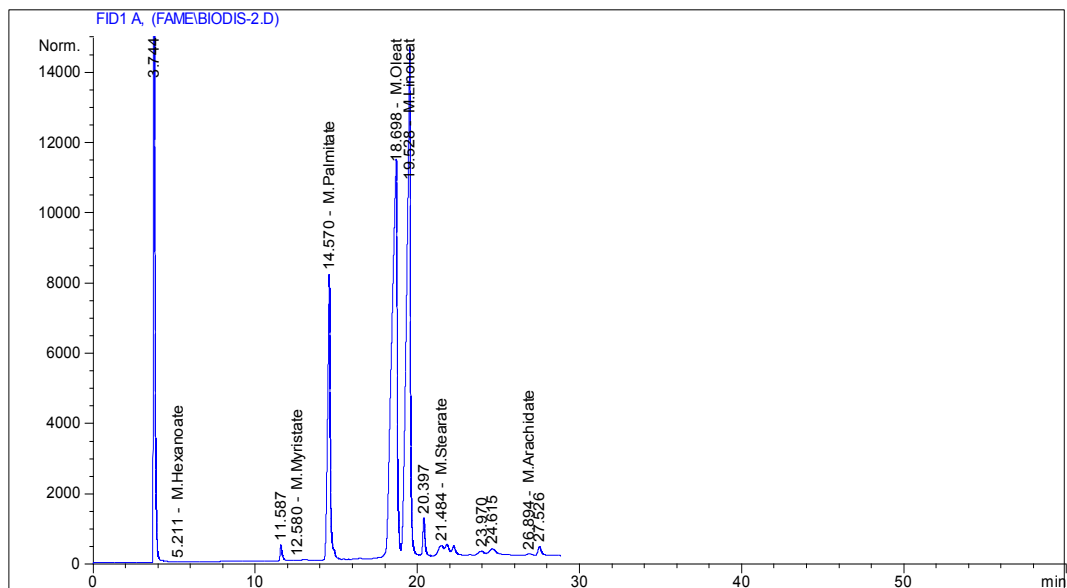


Gambar A.2 Uji Pertama Crude Biodiesel Menggunakan GC

Tabel A.5 Hasil Uji Pertama Crude Biodiesel Menggunakan GC

No	Komponen	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	Methyl Hexanoate	12.16237	413.38209
2	Methyl Nonanoate	2.79417	5753.65552
3	Methyl Myristate	2.73836	167.26290
4	Methyl Palmitate	1.24646	$1.49732e^5$

5	Methyl Oleat	1.29751	3.71594e ⁵
6	Methyl Linoleat	3.19233e ⁻¹	8.09470e ⁴
7	Methyl Stearate	4.78910e ⁻¹	1674.06766
8	Methyl Arachidate	2.20559	3252.41147
Total			6.13534e ⁵



Gambar A.3 Uji Kedua *Crude Biodiesel* Menggunakan GC (*gas chromatography*)

Tabel A.6 Hasil Uji Kedua *Crude Biodiesel* Menggunakan GC (*gas chromatography*)

No	Komponen	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	Methyl Hexanoate	12.42389	410.85519
2	Methyl Myristate	3.46545	137.09391
3	Methyl Palmitate	1.24716	1.15027e ⁵
4	Methyl Oleat	1.29751	3.42451e ⁵
5	Methyl Linoleat	3.19223e ⁻¹	7.54482e ⁴
6	Methyl Stearate	4.80816e ⁻¹	3020.78527
7	Methyl Arachidate	2.12789	2152.71631
Total			5.38648e5

Untuk mengetahui kandungan % FAME dalam *crude biodiesel 1 dan crude biodiesel 2* dilakukan perhitungan sebagai berikut :

$$\% FAME = Total Methyl Ester \left(\frac{g}{ml} \right) \times \frac{volume sampel (ml)}{massa sampel (g)}$$

$$\% FAME = 0,613534 \times \frac{1 (ml)}{0,83592 (g)} \times 100\% = 73,39\%$$

$$\% FAME = Total Methyl Ester \left(\frac{g}{ml} \right) \times \frac{volume sampel (ml)}{massa sampel (g)}$$

$$\% FAME = 0,538648 \times \frac{1 (ml)}{0,83592 (g)} \times 100\% = 64,43 \%$$

Analisa % FAME *crude biodiesel* dilakukan sebanyak 2 kali menggunakan GC tipe HP 6890 Series produksi Hewlett-Packard Inc dan mendapatkan hasil %FAME sebanyak $71,76\% \pm 2,31\%$

8. Menghitung pembuatan larutan des (*deep eutectic solvent*)

Perbandingan CHCl : HBD (*hydrogen bond donor*) = 1 : 2

Massa CHCl = 50 g

Mol CHCl :

$$\frac{Massa CHCl}{BM CHCl} = \frac{50 g}{139,62 g/mol} = 0,3581 mol$$

Mol Etilen Glikol = 0,7162 mol

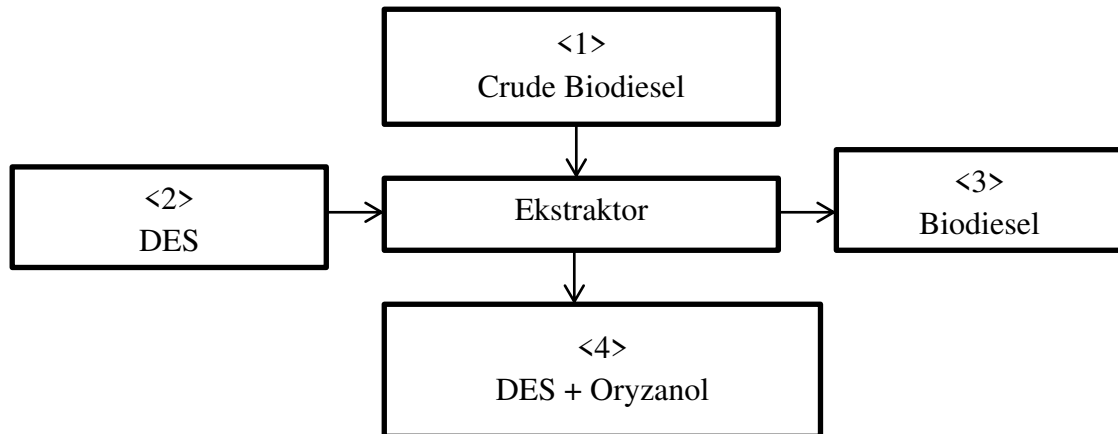
Massa Etilen Glikol : = *mol etilen glikol x BM etilen glikol*

$$= 0,7162 mol \times 62,07 \frac{g}{mol} = 44,4564 g$$

$$Volume Etilen Glikol : = \frac{massa etilen glikol}{\rho} = \frac{44,4564 g}{1,1132 g/ml} = 39,94$$

9. Neraca Massa per tahap

Tahap 1



Tabel A.7 Neraca Massa Tahap 1

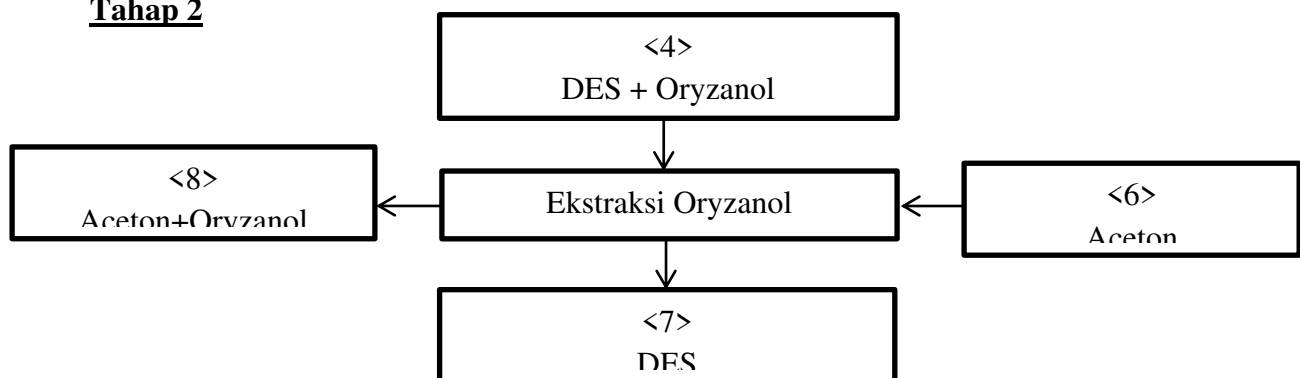
Suhu (°C)	Waktu Ekstraksi (menit)	Run	Komponen Masuk (gram)		Komponen Keluar (gram)	
			Crude Biodiesel <1>	DES <2>	Biodiesel <3>	DES + Oryzanol <4>
30	15	1	1,003	1,113	0,993	1,123
		2	1,076	1,112	0,990	1,198
		3	1,023	1,145	0,997	1,171
	30	1	1,033	1,132	0,982	1,183
		2	1,002	1,123	0,981	1,144
		3	1,025	1,100	0,981	1,143
	45	1	1,026	1,155	0,961	1,221
		2	1,011	1,165	0,961	1,215
		3	1,022	1,128	0,961	1,188
	60	1	1,029	1,155	0,942	1,242
		2	1,020	1,177	0,948	1,249
		3	1,025	1,156	0,949	1,232
	120	1	1,021	1,199	0,922	1,298

		2	1,022	1,187	0,926	1,283
		3	1,025	1,188	0,922	1,291
	240	1	1,052	1,199	0,901	1,350
		2	1,033	1,177	0,918	1,291
		3	1,021	1,198	0,910	1,310
	480	1	1,095	1,112	0,894	1,313
		2	1,072	1,123	0,892	1,303
		3	1,058	1,132	0,802	1,388
25	15	1	1,011	1,111	0,991	1,131
		2	1,072	1,112	0,995	1,189
		3	1,023	1,112	0,991	1,145
	30	1	1,009	1,122	0,988	1,143
		2	1,002	1,123	0,988	1,137
		3	1,011	1,132	0,998	1,145
	45	1	1,021	1,125	0,988	1,159
		2	1,011	1,110	0,988	1,133
		3	1,053	1,117	0,988	1,181
	60	1	1,024	1,121	0,977	1,168
		2	1,000	1,124	0,987	1,136
		3	1,025	1,156	0,977	1,204
	120	1	1,033	1,111	0,955	1,188
		2	1,012	1,129	0,950	1,190
		3	1,045	1,138	0,951	1,232
	240	1	1,022	1,139	0,930	1,231
		2	1,073	1,117	0,926	1,264
		3	1,021	1,128	0,929	1,220
	480	1	1,004	1,142	0,898	1,248
		2	1,035	1,113	0,892	1,257
		3	1,004	1,142	0,893	1,253
20	15	1	1,001	1,183	0,991	1,093

		2	1,021	1,125	0,991	1,052
		3	1,011	1,154	0,991	1,074
	30	1	1,051	1,182	0,998	1,236
		2	1,003	1,136	0,998	1,141
		3	1,025	1,183	0,998	1,210
	45	1	1,026	1,152	0,999	1,180
		2	1,055	1,127	0,999	1,184
		3	1,027	1,118	0,999	1,146
	60	1	1,027	1,183	0,988	1,222
		2	1,000	1,123	0,989	1,134
		3	1,005	1,162	0,988	1,180
	120	1	1,017	1,159	0,986	1,190
		2	1,014	1,164	0,985	1,193
		3	1,054	1,163	0,985	1,232
	240	1	1,027	1,174	0,973	1,228
		2	1,073	1,173	0,973	1,274
		3	1,026	1,142	0,973	1,195
	480	1	1,004	1,152	0,998	1,158
		2	1,025	1,184	0,992	1,217
		3	1,026	1,174	0,999	1,200
15	15	1	1,033	1,111	0,991	1,152
		2	1,012	1,129	0,991	1,149
		3	1,045	1,138	0,991	1,192
	30	1	1,004	1,152	0,998	1,158
		2	1,025	1,184	0,998	1,211
		3	1,026	1,174	0,998	1,202
	45	1	1,017	1,159	0,999	1,177
		2	1,014	1,164	0,999	1,179
		3	1,054	1,163	0,999	1,218
	60	1	1,027	1,174	0,988	1,213

		2	1,035	1,113	0,989	1,160
		3	1,004	1,142	0,988	1,158
	120	1	1,001	1,183	0,986	1,199
		2	1,021	1,125	0,985	1,161
		3	1,011	1,154	0,985	1,180
	240	1	1,009	1,122	0,973	1,158
		2	1,002	1,123	0,973	1,153
		3	1,011	1,132	0,973	1,170
	480	1	1,026	1,152	0,998	1,181
		2	1,055	1,127	0,992	1,191
		3	1,027	1,118	0,999	1,145

Tahap 2



Tabel A.8 Neraca Massa Tahap 2

Suhu (°C)	Waktu Ekstraksi (menit)	Run	Komponen Masuk (gram)		Komponen Keluar (gram)	
			Acetone <8>	DES + Oryzanol <4>	Acetone+oryzanol <6>	DES <7>
30	15	1	1,604	1,123	1,614	1,113
		2	1,712	1,198	1,798	1,112
		3	1,673	1,171	1,700	1,145

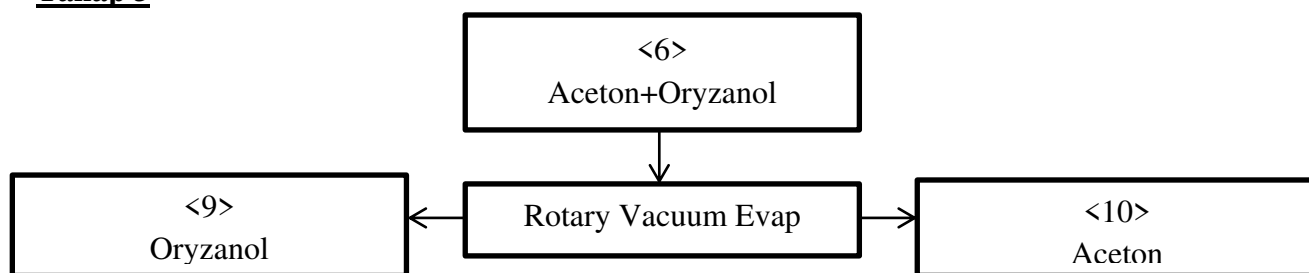
	30	1	1,690	1,183	1,741	1,132
		2	1,635	1,144	1,656	1,123
		3	1,633	1,143	1,677	1,100
	45	1	1,744	1,221	1,809	1,155
		2	1,736	1,215	1,786	1,165
		3	1,698	1,188	1,758	1,128
	60	1	1,774	1,242	1,861	1,155
		2	1,784	1,249	1,856	1,177
		3	1,759	1,232	1,835	1,156
	120	1	1,854	1,298	1,953	1,199
		2	1,833	1,283	1,929	1,187
		3	1,845	1,291	1,948	1,188
	240	1	1,929	1,350	2,080	1,199
		2	1,845	1,291	1,960	1,177
		3	1,871	1,310	1,983	1,198
	480	1	1,876	1,313	2,077	1,112
		2	1,861	1,303	2,041	1,123
		3	1,983	1,388	2,240	1,132
25	15	1	1,616	1,131	1,636	1,111
		2	1,699	1,189	1,776	1,112
		3	1,635	1,145	1,667	1,112
	30	1	1,633	1,143	1,654	1,122
		2	1,624	1,137	1,638	1,123
		3	1,636	1,145	1,649	1,132

	45	1	1,655	1,159	1,689	1,125
		2	1,618	1,133	1,641	1,110
		3	1,687	1,181	1,752	1,117
	60	1	1,669	1,168	1,715	1,121
		2	1,623	1,136	1,636	1,124
		3	1,719	1,204	1,767	1,156
	120	1	1,697	1,188	1,774	1,111
		2	1,700	1,190	1,761	1,129
		3	1,760	1,232	1,855	1,138
	240	1	1,758	1,231	1,850	1,139
		2	1,805	1,264	1,953	1,117
		3	1,743	1,220	1,835	1,128
	480	1	1,783	1,248	1,888	1,142
		2	1,795	1,257	1,939	1,113
		3	1,789	1,253	1,900	1,142
20	15	1	1,562	1,093	1,472	1,183
		2	1,502	1,052	1,428	1,125
		3	1,534	1,074	1,454	1,154
	30	1	1,765	1,236	1,818	1,182
		2	1,631	1,141	1,636	1,136
		3	1,728	1,210	1,755	1,183
	45	1	1,686	1,180	1,713	1,152
		2	1,691	1,184	1,747	1,127
		3	1,637	1,146	1,665	1,118

	60	1	1,746	1,222	1,785	1,183
		2	1,621	1,134	1,632	1,123
		3	1,686	1,180	1,703	1,162
	120	1	1,700	1,190	1,732	1,159
		2	1,704	1,193	1,733	1,164
		3	1,760	1,232	1,829	1,163
	240	1	1,754	1,228	1,808	1,174
		2	1,820	1,274	1,921	1,173
		3	1,708	1,195	1,761	1,142
	480	1	1,654	1,158	1,659	1,152
		2	1,739	1,217	1,772	1,184
		3	1,715	1,200	1,742	1,174
15	15	1	1,646	1,152	1,688	1,111
		2	1,642	1,149	1,662	1,129
		3	1,703	1,192	1,757	1,138
	30	1	1,654	1,158	1,659	1,152
		2	1,730	1,211	1,757	1,184
		3	1,717	1,202	1,745	1,174
	45	1	1,681	1,177	1,700	1,159
		2	1,685	1,179	1,700	1,164
		3	1,741	1,218	1,795	1,163
	60	1	1,733	1,213	1,773	1,174
		2	1,657	1,160	1,703	1,113
		3	1,655	1,158	1,671	1,142

	120	1	1,712	1,199	1,728	1,183
		2	1,659	1,161	1,695	1,125
		3	1,685	1,180	1,711	1,154
	240	1	1,654	1,158	1,690	1,122
		2	1,647	1,153	1,676	1,123
		3	1,672	1,170	1,711	1,132
	480	1	1,687	1,181	1,715	1,152
		2	1,701	1,191	1,765	1,127
		3	1,636	1,145	1,664	1,118

Tahap 3



Tabel A.9 Neraca Massa Tahap 3

Suhu (°C)	Waktu ekstraksi (menit)	Run	Komponen Masuk (gram)	Komponen Keluar (gram)	
			Acetone+oryanol <6>	Acetone <10>	Oryzanol <9>
30	15	1	1,614	1,604	0,010
		2	1,798	1,712	0,086

		3	1,700	1,673	0,026
	30	1	1,741	1,690	0,051
		2	1,656	1,635	0,021
		3	1,677	1,633	0,043
	45	1	1,809	1,744	0,065
		2	1,786	1,736	0,050
		3	1,758	1,698	0,061
	60	1	1,861	1,774	0,087
		2	1,856	1,784	0,072
		3	1,835	1,759	0,076
	120	1	1,953	1,854	0,099
		2	1,929	1,833	0,096
		3	1,948	1,845	0,104
	240	1	2,080	1,929	0,152
		2	1,960	1,845	0,115
		3	1,983	1,871	0,112
	480	1	2,077	1,876	0,201
		2	2,041	1,861	0,180
		3	2,240	1,983	0,256
25	15	1	1,636	1,616	0,020
		2	1,776	1,699	0,077
		3	1,667	1,635	0,032
	30	1	1,654	1,633	0,021
		2	1,638	1,624	0,014

		3	1,649	1,636	0,013
	45	1	1,689	1,655	0,033
		2	1,641	1,618	0,023
		3	1,752	1,687	0,065
	60	1	1,715	1,669	0,047
		2	1,636	1,623	0,013
		3	1,767	1,719	0,048
	120	1	1,774	1,697	0,077
		2	1,761	1,700	0,061
		3	1,855	1,760	0,094
	240	1	1,850	1,758	0,092
		2	1,953	1,805	0,147
		3	1,835	1,743	0,092
	480	1	1,888	1,783	0,106
		2	1,939	1,795	0,144
		3	1,900	1,789	0,110
20	15	1	1,562	1,093	1,472
		2	1,502	1,052	1,428
		3	1,534	1,074	1,454
	30	1	1,765	1,236	1,818
		2	1,631	1,141	1,636
		3	1,728	1,210	1,755
	45	1	1,686	1,180	1,713
		2	1,691	1,184	1,747

		3	1,637	1,146	1,665
	60	1	1,746	1,222	1,785
		2	1,621	1,134	1,632
		3	1,686	1,180	1,703
	120	1	1,700	1,190	1,732
		2	1,704	1,193	1,733
		3	1,760	1,232	1,829
	240	1	1,754	1,228	1,808
		2	1,820	1,274	1,921
		3	1,708	1,195	1,761
	480	1	1,654	1,158	1,659
		2	1,739	1,217	1,772
		3	1,715	1,200	1,742
15	15	1	1,688	1,646	0,042
		2	1,662	1,642	0,021
		3	1,757	1,703	0,054
	30	1	1,659	1,654	0,006
		2	1,757	1,730	0,027
		3	1,745	1,717	0,028
	45	1	1,700	1,681	0,018
		2	1,700	1,685	0,015
		3	1,795	1,741	0,055
	60	1	1,773	1,733	0,039
		2	1,703	1,657	0,046

		3	1,671	1,655	0,016
	120	1	1,728	1,712	0,015
		2	1,695	1,659	0,036
		3	1,711	1,685	0,026
	240	1	1,690	1,654	0,036
		2	1,676	1,647	0,029
		3	1,711	1,672	0,038
	480	1	1,715	1,687	0,028
		2	1,765	1,701	0,063
		3	1,664	1,636	0,027

10. Analisa Kandungan Oryzanol

Total kandungan oryzanol dihitung dengan kurva kalibrasi yang diperoleh dari larutan standar oryzanol.

a. Perhitungan Kadar Sampel Oryzanol Standard (Wako, Jepang)

Massa oryzanol = 0.02 gram = 20 mg

Volume N-Hexane = 10 ml = 1 L

Konsentrasi larutan = $\frac{20 \text{ mg}}{0.1 \text{ L}} = 200 \text{ mg/L} = 200 \text{ ppm}$

Larutan tersebut diencerkan hingga 100 ppm, maka perhitungan berdasarkan rumus pengenceran :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 200 \text{ ppm} = 100 \text{ ml} \times 100 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{100 \text{ ml} \times 100 \text{ ppm}}{200 \text{ ppm}} = 50 \text{ ml}$$

Jadi, mengambil 50 ml dari larutan dengan konsentrasi 20 ppm dan menambahkan N-Hexane hingga volumenya mencapai 100 ml.

b. Pembuatan Kurva Kalibrasi Konsentrasi vs Absorbansi Oryzanol

Untuk membuat kurva kalibrasi larutan standard yang digunakan yaitu dari konsentrasi 0-100 ppm. Dengan perhitungan sebagai berikut:

- Larutan dengan konsentrasi 10 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 10 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 1 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 20 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 20 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 20 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 2 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 30 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 30 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 30 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 3 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 40 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 40 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 40 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 4 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 50 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 50 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 50 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 5 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 60 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 60 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 60 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 6 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 70 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 70 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 70 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 7 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 80 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 80 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 80 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 8 \text{ ml}$$

- Larutan dengan konsentrasi 90 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_{\text{larutan}} \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 90 \text{ ppm}$$

$$V_{\text{larutan}} = \frac{10 \text{ ml} \times 90 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} = 9 \text{ ml}$$

Tabel A.10 Data pengenceran larutan *oryzanol standard*

No.	Volume sampel (N-Hexane 100 ppm)	Volume penambahan N-Hexane (ml)	Konsentrasi (ppm)
1	1	9	10
2	2	8	20
3	3	7	30
4	4	6	40
5	5	5	50
6	6	4	60
7	7	3	70
8	8	2	80
9	9	1	90
10	-	-	100

Pengukuran absorbansi untuk setiap konsentrasi oryzanol standard dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 311nm. Sehingga diperoleh data sebagai berikut:

Tabel A.11 Data pengenceran larutan oryzanol standard

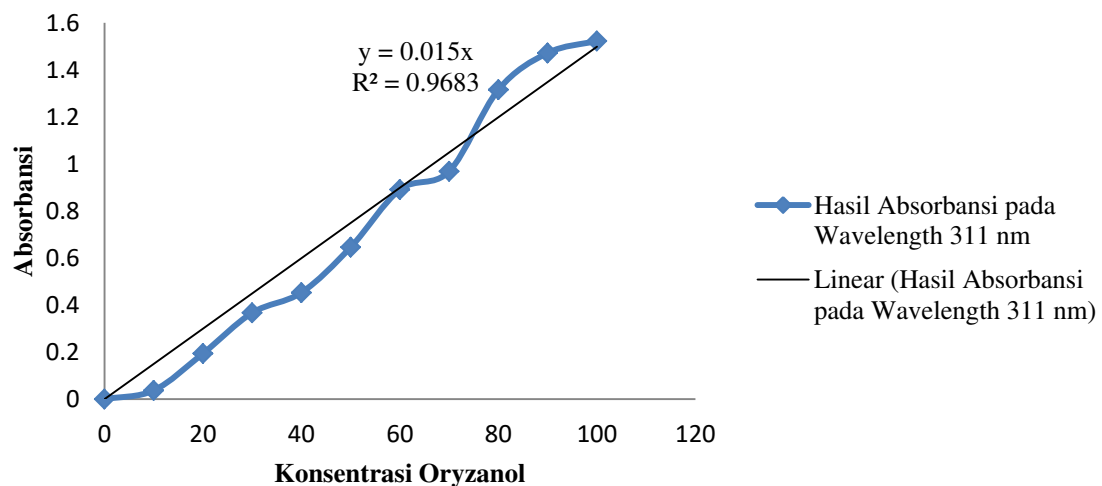
Konsentrasi Oryzanol (ppm)	absorbansi
0	0
10	0,037
20	0,194
30	0,367
40	0,453
50	0,646
60	0,891
70	0,969
80	1,316
90	1,472
100	1,523

Dari tabel diatas, selanjunya dibuat grafik antara konsentrasi dan absorbansi sehingga diperoleh persamaan untuk menghitung konsentrasi sample, sebagai berikut :

$$y = 0,015 \ x$$

Dengan : y = absorbansi

x = Konsentrasi (mg oryzanol/l)



Gambar A.4 Kurva kalibrasi oryzanol pada wavelength 311 nm

c. Analisa dengan spektrofotometri UV-Vis untuk sampel pada $\lambda=311$ nm

Dengan menggunakan UV-Vis *Spectrophotometer* pada panjang gelombang 311 nm diperoleh persamaan dari kurva standar maka konsentrasi oryzanol dalam *crude biodiesel* dapat dihitung. Dengan menggunakan rumus $y = 0,015 x$. Dengan y sebagai absorbansi pada masing-masing sampel. Misalnya diperoleh y sebesar 0,015 kemudian dimasukkan kedalam persamaan $x = 0.015 : 0.015$ diperoleh konsentrasi oryzanol $x = 1$ mg/L. Berikut hasil analisa spektrofotometri pada masing-masing suhu :

Tabel A.12 Hasil Spektrofotometri Ekstraksi Oryzanol

Suhu	Waktu Ekstraksi Oryzanol (menit)	Konsentrasi Oryzanol (ppm) di Upper Layer			Konsentrasi Oryzanol (ppm) di Produk Kaya Oryzanol		
		RUN 1	RUN 2	RUN 3	RUN 1	RUN 2	RUN 3
30°C	0	98,800	98,800	98,800	0	0	0
	15	89,333	89,467	89,467	3,400	3,400	3,600
	30	74,600	74,267	74,133	5,533	4,933	5,600
	45	60,200	60,200	60,333	8,267	8,000	8,067
	60	59,200	59,267	59,133	10,200	10,333	10,333
	120	52,533	52,467	51,800	16,667	17,000	16,800
	240	36,133	36,333	36,333	24,733	25,000	24,800
	480	16,133	16,067	16,000	61,333	57,067	61,200
25°C	0	98,800	98,800	98,800	0	0	0
	15	91,000	91,067	90,667	3,400	4,133	3,467
	30	75,533	75,333	75,333	4,333	4,133	4,067
	45	60,800	60,933	60,667	7,933	8,000	8,067
	60	60,067	60,400	60,533	9,400	9,467	9,533
	120	53,533	53,667	53,800	16,133	16,000	16,267
	240	40,000	40,067	40,200	20,867	21,333	22,200
	480	24,267	24,333	24,400	57,733	58,533	61,133

20°C	0	98,800	98,800	98,800	0	0	0
	15	94,800	94,800	94,667	2,600	3,600	2,667
	30	83,600	83,333	83,133	3,133	3,800	3,667
	45	75,600	75,800	75,800	4,267	4,067	4,267
	60	68,133	68,200	68,200	7,133	7,267	7,267
	120	60,467	60,533	60,467	14,133	14,800	14,200
	240	47,400	47,400	47,467	20,067	20,267	20,733
	480	24,933	24,733	24,667	58,333	58,200	58,200
15°C	0	98,800	98,800	98,800	0	0	0
	15	98,467	98,333	98,467	2,93	2,73	2,53
	30	87,533	88,000	88,867	4,00	4,07	4,07
	45	76,200	76,067	76,067	5,67	5,47	5,40
	60	74,000	74,067	74,000	8,87	8,87	8,67
	120	64,067	64,133	64,133	14,07	14,13	14,20
	240	54,133	54,067	54,067	19,33	19,33	19,47
	480	29,333	29,333	28,000	57,27	56,73	57,20

Tabel A.13 Hasil perhitungan % yield Total Ekstraksi Oryzanol dalam Produk Kaya

Suhu (°C)	Waktu ekstrasi (menit)	Run	konsentrasi crude biodiesel (mg/L)	massa crude biodiesel (mg)	% berat oryzanol di crude	konsentrasi produk kaya oryzanol (mg/L)	massa produk kaya oryzanol (mg)	% berat oryzanol di produk	% yield total oryzanol
30	15	1	98,8	0,5	1,012	3,400	0,500	6,883	3,359
		2	98,8	0,5	1,012	3,400	0,500	6,883	3,359
		3	98,8	0,5	1,012	3,600	0,500	7,287	3,557
	30	1	98,8	0,5	1,012	5,533	0,500	11,201	5,467
		2	98,8	0,5	1,012	4,933	0,500	9,987	4,874
		3	98,8	0,5	1,012	5,600	0,500	11,336	5,533
	45	1	98,8	0,5	1,012	8,267	0,500	16,734	8,167
		2	98,8	0,5	1,012	8,000	0,500	16,194	7,904
		3	98,8	0,5	1,012	8,067	0,500	16,329	7,970
	60	1	98,8	0,5	1,012	10,200	0,500	20,648	10,078

		2	98,8	0,5	1,012	10,333	0,500	20,918	10,209
		3	98,8	0,5	1,012	10,333	0,500	20,918	10,209
	120	1	98,8	0,5	1,012	16,667	0,500	33,738	16,467
		2	98,8	0,5	1,012	17,000	0,500	34,413	16,796
		3	98,8	0,5	1,012	16,800	0,500	34,008	16,598
	240	1	98,8	0,5	1,012	24,733	0,500	50,067	24,437
		2	98,8	0,5	1,012	25,000	0,500	50,607	24,700
		3	98,8	0,5	1,012	24,800	0,500	50,202	24,502
	480	1	98,8	0,5	1,012	61,333	0,500	62,820	60,597
		2	98,8	0,5	1,012	57,067	0,500	58,453	56,382
		3	98,8	0,5	1,012	51,200	0,5	68,211	60,466
25	15	1	98,8	0,5	1,012	3,400	0,500	6,883	3,441
		2	98,8	0,5	1,012	4,133	0,500	8,367	4,184
		3	98,8	0,5	1,012	3,467	0,500	7,018	3,509
	30	1	98,8	0,5	1,012	4,333	0,500	8,772	4,386
		2	98,8	0,5	1,012	4,133	0,500	8,367	4,184
		3	98,8	0,5	1,012	4,067	0,500	8,232	4,116
	45	1	98,8	0,5	1,012	7,933	0,500	16,059	8,030
		2	98,8	0,5	1,012	8,000	0,500	16,194	8,097
		3	98,8	0,5	1,012	8,067	0,500	16,329	8,165
	60	1	98,8	0,5	1,012	9,400	0,500	19,028	9,514
		2	98,8	0,5	1,012	9,467	0,500	19,163	9,582
		3	98,8	0,5	1,012	9,533	0,500	19,298	9,649
	120	1	98,8	0,5	1,012	16,133	0,500	32,659	16,329
		2	98,8	0,5	1,012	16,000	0,500	32,389	16,194
		3	98,8	0,5	1,012	16,267	0,500	32,928	16,464
	240	1	98,8	0,5	1,012	20,867	0,500	42,240	21,120
		2	98,8	0,5	1,012	21,333	0,500	43,185	21,592
		3	98,8	0,5	1,012	22,200	0,500	44,939	22,470
	480	1	98,8	0,5	1,012	57,733	0,500	64,394	32,197
		2	98,8	0,5	1,012	58,533	0,500	59,954	29,977
		3	98,8	0,5	1,012	61,133	0,500	62,618	31,309
20	15	1	98,8	0,5	1,012	2,600	0,500	5,263	2,632
		2	98,8	0,5	1,012	3,600	0,500	7,287	3,644
		3	98,8	0,5	1,012	2,667	0,500	5,398	2,699
	30	1	98,8	0,5	1,012	3,133	0,500	6,343	3,171
		2	98,8	0,5	1,012	3,800	0,500	7,692	3,846
		3	98,8	0,5	1,012	3,667	0,500	7,422	3,711
	45	1	98,8	0,5	1,012	4,267	0,500	8,637	4,318

		2	98,8	0,5	1,012	4,067	0,500	8,232	4,116
		3	98,8	0,5	1,012	4,267	0,500	8,637	4,318
	60	1	98,8	0,5	1,012	7,133	0,500	14,440	7,220
		2	98,8	0,5	1,012	7,267	0,500	14,710	7,355
		3	98,8	0,5	1,012	7,267	0,500	14,710	7,355
	120	1	98,8	0,5	1,012	14,133	0,500	28,610	14,305
		2	98,8	0,5	1,012	14,800	0,500	29,960	14,980
		3	98,8	0,5	1,012	14,200	0,500	28,745	14,372
	240	1	98,8	0,5	1,012	20,067	0,500	40,621	20,310
		2	98,8	0,5	1,012	20,267	0,500	41,026	20,513
		3	98,8	0,5	1,012	20,733	0,500	41,970	20,985
	480	1	98,8	0,5	1,012	58,333	0,500	59,749	29,875
		2	98,8	0,5	1,012	58,200	0,500	59,613	29,807
		3	98,8	0,5	1,012	58,200	0,500	59,513	29,757
15	15	1	98,8	0,5	1,012	2,733	0,500	5,533	2,767
		2	98,8	0,5	1,012	2,933	0,500	5,938	2,969
		3	98,8	0,5	1,012	2,533	0,500	5,128	2,564
	30	1	98,8	0,5	1,012	4,000	0,500	8,097	4,049
		2	98,8	0,5	1,012	4,067	0,500	8,232	4,116
		3	98,8	0,5	1,012	4,067	0,500	8,232	4,116
	45	1	98,8	0,5	1,012	5,667	0,500	11,471	5,735
		2	98,8	0,5	1,012	5,467	0,500	11,066	5,533
		3	98,8	0,5	1,012	5,400	0,500	10,931	5,466
	60	1	98,8	0,5	1,012	8,867	0,500	17,949	8,974
		2	98,8	0,5	1,012	8,867	0,500	17,949	8,974
		3	98,8	0,5	1,012	8,667	0,500	17,544	8,772
	120	1	98,8	0,5	1,012	14,067	0,500	28,475	14,238
		2	98,8	0,5	1,012	14,133	0,500	28,610	14,305
		3	98,8	0,5	1,012	14,200	0,500	28,745	14,372
	240	1	98,8	0,5	1,012	19,333	0,500	39,136	19,568
		2	98,8	0,5	1,012	19,333	0,500	39,136	19,568
		3	98,8	0,5	1,012	19,467	0,500	39,406	19,703
	480	1	98,8	0,5	1,012	57,267	0,500	58,667	29,334
		2	98,8	0,5	1,012	56,733	0,500	58,111	29,056
		3	98,8	0,5	1,012	57,200	0,500	58,589	29,295

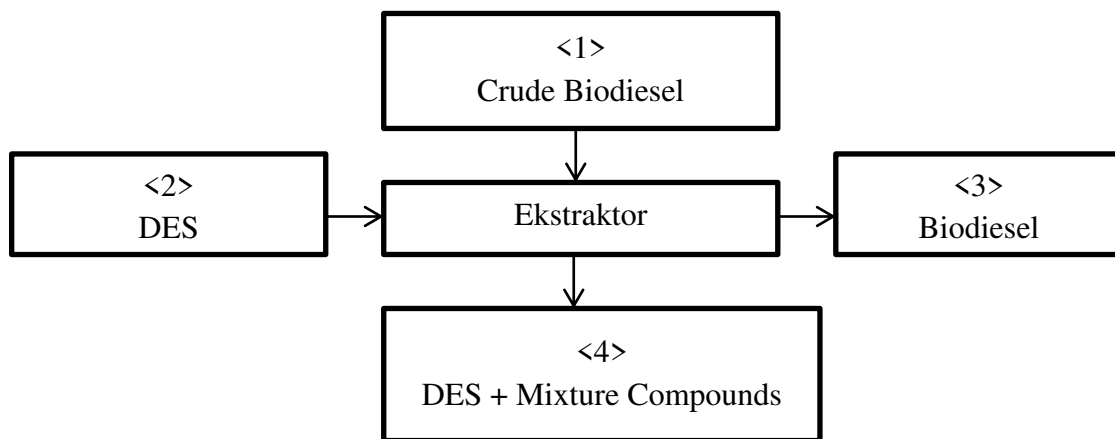
d. Menghitung %t yield oryzanol pertahap

Rumus yang digunakan untuk menghitung % total yield Oryzanol pertahap sebagai berikut :

% yield Oryzanol pertahap

$$= \frac{\% \text{berat oryzanol pada sample} \times \text{berat sample (mg)}}{\% \text{berat oryzanol pada feed} \times \text{berat feed (mg)}} \times 100 \%$$

Tahap 1



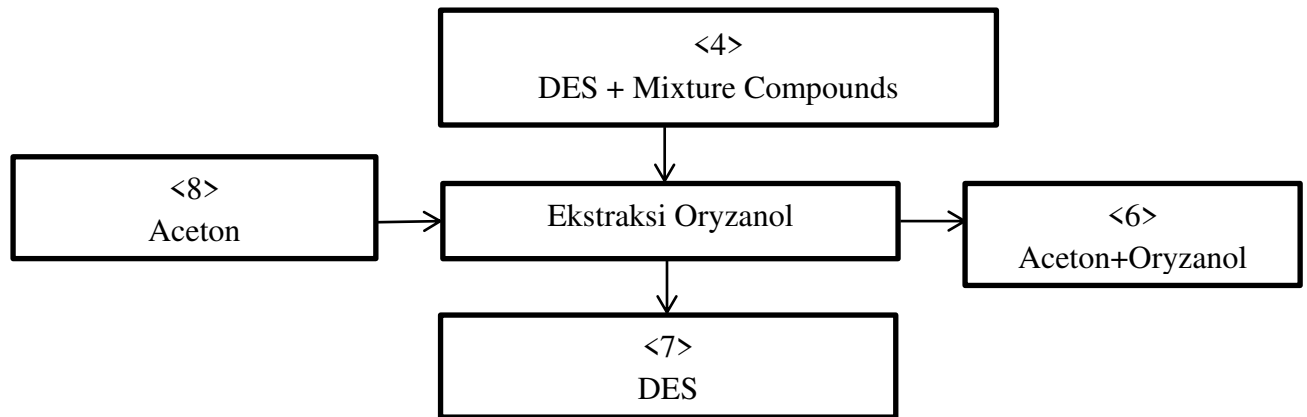
Tabel A.14 Hasil pehitungan % yield Oryzanol Tahap 1

Suhu (°C)	Waktu ekstrasi (menit)	Run	Massa crude biodiesel	% berat oryzanol di crude	Massa DES+ Oryzanol (mg)	% berat oryzanol di DES+Oryzanol	%yield total oryzanol tahap 1
30	15	1	1,003	1,012	1,152	11,142	12,646
		2	1,0761	1,012	1,149	10,211	10,775
		3	1,0234	1,012	1,192	11,137	12,816
	30	1	1,0331	1,012	1,158	27,777	30,748
		2	1,0022	1,012	1,211	30,362	36,238
		3	1,0245	1,012	1,202	29,638	34,344
	45	1	1,0264	1,012	1,177	45,345	51,375

		2	1,0111	1,012	1,179	46,117	53,138
		3	1,0218	1,012	1,218	46,988	55,355
	60	1	1,0288	1,012	1,213	47,839	55,736
		2	1,0201	1,012	1,160	46,037	51,704
		3	1,0252	1,012	1,158	45,907	51,238
	120	1	1,0212	1,012	1,199	55,634	64,519
		2	1,0215	1,012	1,161	53,969	60,627
		3	1,0253	1,012	1,180	55,396	62,968
	240	1	1,0521	1,012	1,158	70,661	76,842
		2	1,0332	1,012	1,153	71,389	78,684
		3	1,0212	1,012	1,170	73,349	83,063
	480	1	1,095	1,012	1,181	91,315	97,280
		2	1,072	1,012	1,191	94,148	97,326
		3	1,058	1,012	1,145	91,836	98,234
25	15	1	1,1111	1,012	1,131	8,135	8,183
		2	1,112	1,012	1,189	8,472	8,952
		3	1,1123	1,012	1,145	8,574	8,717
	30	1	1,122	1,012	1,143	24,279	24,435
		2	1,1232	1,012	1,137	24,338	24,343
		3	1,1321	1,012	1,145	24,318	24,305
	45	1	1,1253	1,012	1,159	40,084	40,779
		2	1,11	1,012	1,133	39,592	39,924
		3	1,1166	1,012	1,181	41,322	43,184
	60	1	1,1213	1,012	1,168	41,333	42,537
		2	1,1235	1,012	1,136	39,790	39,764
		3	1,1556	1,012	1,204	40,827	42,009
	120	1	1,1107	1,012	1,188	49,596	52,407
		2	1,1287	1,012	1,190	48,739	50,761
		3	1,1376	1,012	1,232	49,929	53,428
	240	1	1,1385	1,012	1,231	65,115	69,544
		2	1,1165	1,012	1,264	68,107	76,167
		3	1,1282	1,012	1,220	64,933	69,391
	480	1	1,1423	1,012	1,248	83,413	90,031
		2	1,1132	1,012	1,257	86,120	96,055
		3	1,1421	1,012	1,253	83,586	90,566
20	15	1	1,001	1,012	1,193	4,885	5,753
		2	1,0212	1,012	1,156	4,637	5,184
		3	1,011	1,012	1,174	4,916	5,639
	30	1	1,0514	1,012	1,236	18,300	21,247

		2	1,0033	1,012	1,141	18,026	20,261
		3	1,0251	1,012	1,210	18,937	22,075
	45	1	1,0263	1,012	1,180	27,324	31,037
		2	1,0551	1,012	1,184	26,431	29,294
		3	1,0265	1,012	1,146	26,304	29,013
	60	1	1,0271	1,012	1,222	37,380	43,943
		2	1,0001	1,012	1,134	35,557	39,847
		3	1,0052	1,012	1,180	36,795	42,671
	120	1	1,0171	1,012	1,190	45,956	53,135
		2	1,0142	1,012	1,193	46,111	53,588
		3	1,0538	1,012	1,232	45,915	53,041
	240	1	1,0271	1,012	1,228	62,952	74,357
		2	1,0732	1,012	1,274	62,509	73,315
		3	1,0263	1,012	1,195	61,252	70,488
	480	1	1,0036	1,012	1,158	87,284	89,675
		2	1,0252	1,012	1,217	90,087	89,675
		3	1,0262	1,012	1,200	88,841	89,688
15	15	1	1,0325	1,012	1,152	0,381	0,420
		2	1,0115	1,012	1,149	0,543	0,610
		3	1,0453	1,012	1,192	0,389	0,439
	30	1	1,0036	1,012	1,158	13,312	15,169
		2	1,0252	1,012	1,211	13,066	15,245
		3	1,0262	1,012	1,202	11,915	13,785
	45	1	1,0171	1,012	1,177	26,792	30,632
		2	1,0142	1,012	1,179	27,077	31,104
		3	1,0538	1,012	1,218	26,926	30,757
	60	1	1,0271	1,012	1,213	30,009	35,021
		2	1,0351	1,012	1,160	28,385	31,417
		3	1,0038	1,012	1,158	29,313	33,415
	120	1	1,001	1,012	1,199	42,609	50,410
		2	1,0212	1,012	1,161	40,392	45,388
		3	1,011	1,012	1,180	41,437	47,768
	240	1	1,009	1,012	1,158	52,516	59,549
		2	1,002	1,012	1,153	52,715	59,911
		3	1,0113	1,012	1,170	53,040	60,653
	480	1	1,0263	1,012	1,181	81,871	93,057
		2	1,0551	1,012	1,191	80,317	89,559
		3	1,0265	1,012	1,145	80,936	89,232

Tahap 2



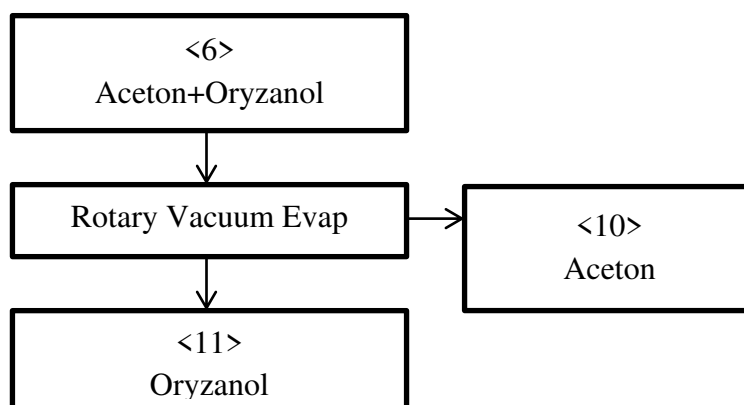
Tabel A.15 Hasil perhitungan % yield Oryzanol Tahap 2

Suhu (celcius)	Waktu ekstraksi (menit)	Run	Massa DES+ Oryzanol (mg)	% berat oryzanol di DES+Oryzanol	Massa Acetone+ Oryzanol (mg)	% berat oryzanol di Aetone+Oryzanol	%yield total oryzanol tahap 2
30	15	1	1,152	11,142	1,614	5,605	70,474
		2	1,149	10,211	1,798	5,818	89,126
		3	1,192	11,137	1,700	6,125	78,420
	30	1	1,158	27,777	1,741	9,554	51,745
		2	1,211	30,362	1,656	8,350	37,613
		3	1,202	29,638	1,677	9,389	44,206
	45	1	1,177	45,345	1,809	14,929	50,613
		2	1,179	46,117	1,786	14,479	47,560
		3	1,218	46,988	1,758	14,220	43,674
	60	1	1,213	47,839	1,861	18,902	60,608
		2	1,160	46,037	1,856	19,261	66,967
		3	1,158	45,907	1,835	18,952	65,425
	120	1	1,199	55,634	1,953	32,651	95,614
		2	1,161	53,969	1,929	30,885	95,038
		3	1,180	55,396	1,948	32,702	97,495
	240	1	1,158	70,661	2,080	39,094	99,378
		2	1,153	71,389	1,960	39,004	92,896
		3	1,170	73,349	1,983	39,000	90,057
	480	1	1,181	91,315	2,077	47,562	91,610
		2	1,191	94,148	2,041	47,553	86,580
		3	1,145	91,836	2,240	45,867	97,657

25	15	1	1,131	8,135	1,636	2,022	35,949
		2	1,189	8,472	1,776	2,003	35,309
		3	1,145	8,574	1,667	2,112	35,884
	30	1	1,143	24,279	1,654	6,543	38,989
		2	1,137	24,338	1,638	6,176	36,564
		3	1,145	24,318	1,649	6,069	35,935
	45	1	1,159	40,084	1,689	12,196	44,343
		2	1,133	39,592	1,641	12,118	44,345
		3	1,181	41,322	1,752	12,965	46,535
	60	1	1,168	41,333	1,715	14,731	52,339
		2	1,136	39,790	1,636	14,125	51,115
		3	1,204	40,827	1,767	14,935	53,715
	120	1	1,188	49,596	1,774	26,401	79,504
		2	1,190	48,739	1,761	25,571	77,643
		3	1,232	49,929	1,855	27,168	81,906
	240	1	1,231	65,115	1,850	34,742	80,219
		2	1,264	68,107	1,953	38,223	86,716
		3	1,220	64,933	1,835	36,998	85,699
	480	1	1,248	83,413	1,888	48,888	88,687
		2	1,257	86,120	1,939	46,668	83,601
		3	1,253	83,586	1,900	45,773	83,058
20	15	1	1,193	4,885	1,715	0,563	16,562
		2	1,156	4,637	1,681	0,710	22,275
		3	1,174	4,916	1,697	0,585	17,203
	30	1	1,236	18,300	1,818	5,552	44,648
		2	1,141	18,026	1,636	6,347	50,461
		3	1,210	18,937	1,755	6,430	49,263
	45	1	1,180	27,324	1,713	7,296	38,767
		2	1,184	26,431	1,747	6,898	38,526
		3	1,146	26,304	1,665	7,089	39,149
	60	1	1,222	37,380	1,785	12,702	49,637
		2	1,134	35,557	1,632	12,147	49,147
		3	1,180	36,795	1,703	12,612	49,474
	120	1	1,190	45,956	1,732	24,655	78,064
		2	1,193	46,111	1,733	25,913	81,655
		3	1,232	45,915	1,829	25,247	81,617
	240	1	1,228	62,952	1,808	36,192	84,666
		2	1,274	62,509	1,921	37,156	89,610
		3	1,195	61,252	1,761	36,447	87,662

	480	1	1,158	87,284	1,659	36,803	60,440
		2	1,217	90,087	1,772	36,080	58,320
		3	1,200	88,841	1,742	36,199	59,120
15	15	1	1,152	0,381	1,688	0,058	22,176
		2	1,149	0,543	1,662	0,094	25,005
		3	1,192	0,389	1,757	0,046	17,566
	30	1	1,158	13,312	1,659	1,774	19,101
		2	1,211	13,066	1,757	1,380	15,325
		3	1,202	11,915	1,745	1,282	15,621
	45	1	1,177	26,792	1,700	5,701	30,730
		2	1,179	27,077	1,700	5,387	28,679
		3	1,218	26,926	1,795	5,426	29,695
	60	1	1,213	30,009	1,773	10,676	51,976
		2	1,160	28,385	1,703	9,944	51,447
		3	1,158	29,313	1,671	9,776	48,107
	120	1	1,199	42,609	1,728	14,874	50,321
		2	1,161	40,392	1,695	14,037	50,730
		3	1,180	41,437	1,711	14,620	51,180
	240	1	1,158	52,516	1,690	33,180	92,222
		2	1,153	52,715	1,676	23,128	63,797
		3	1,170	53,040	1,711	23,731	65,383
	480	1	1,181	81,871	1,715	48,035	85,223
		2	1,191	80,317	1,765	47,205	87,096
		3	1,145	80,936	1,664	44,963	80,680

Tahap 3



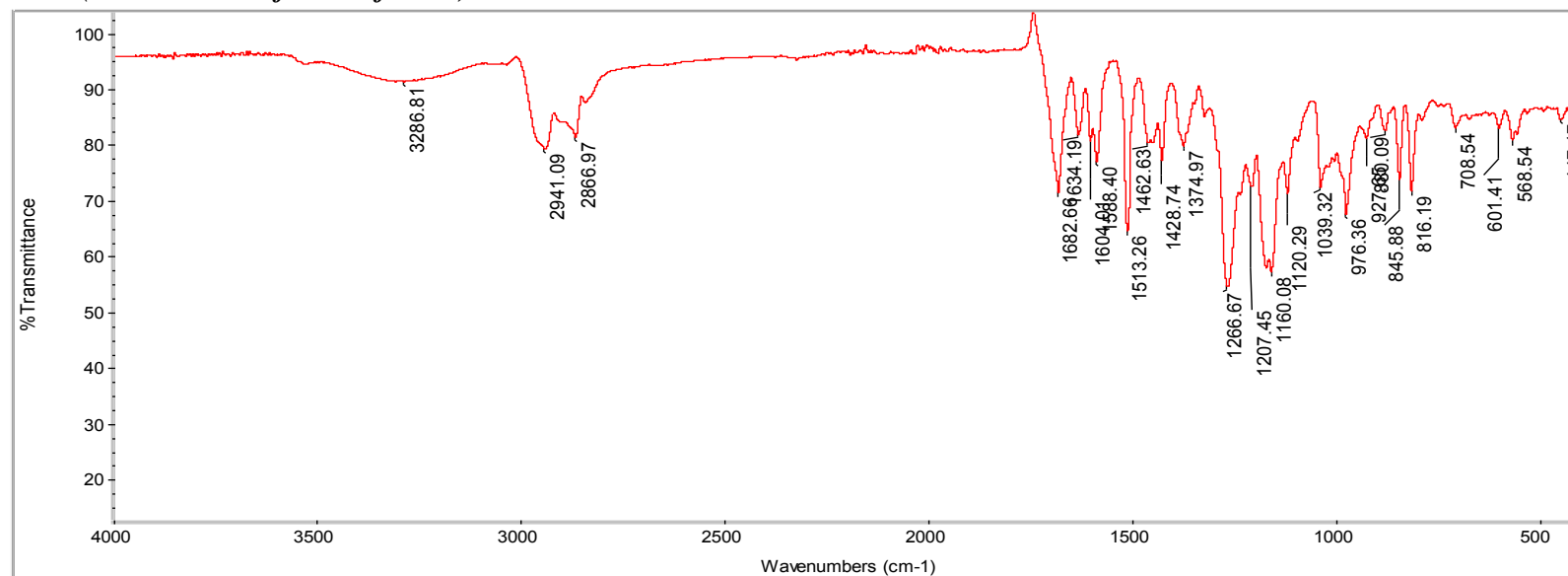
Tabel A.16 Hasil perhitungan % yield Oryzanol Tahap 3

Suhu (° C)	Waktu ekstraksi (menit)	Run	Massa Acetone Oryzanol (mg)	% berat oryzanol di Acetone+Oryzanol	Massa produk kaya oryzanol (mg)	% berat oryzanol di produk	%yield oryzanol tahap 3
30	15	1	1,614	5,605	0,010	9,368	1,004
		2	1,798	5,818	0,086	7,804	6,409
		3	1,700	6,125	0,026	9,442	2,376
	30	1	1,741	9,554	0,051	27,983	8,578
		2	1,656	8,350	0,021	10,640	1,624
		3	1,677	9,389	0,043	24,247	6,669
	45	1	1,809	14,929	0,065	53,961	13,064
		2	1,786	14,479	0,050	40,528	7,835
		3	1,758	14,220	0,061	49,091	11,918
	60	1	1,861	18,902	0,087	88,059	21,705
		2	1,856	19,261	0,072	74,924	15,132
		3	1,835	18,952	0,076	78,475	17,146
	120	1	1,953	32,651	0,099	85,523	13,279
		2	1,929	30,885	0,096	83,716	13,491
		3	1,948	32,702	0,104	83,902	13,644
	240	1	2,080	39,094	0,152	84,747	15,789
		2	1,960	39,004	0,115	88,679	13,330
		3	1,983	39,000	0,112	88,334	12,739
	480	1	2,077	47,562	0,201	89,895	18,276
		2	2,041	47,553	0,180	89,867	16,646
		3	2,240	45,867	0,256	89,872	22,422
25	15	1	1,636	2,022	0,020	2,484	1,509
		2	1,776	2,003	0,077	2,706	5,873
		3	1,667	2,112	0,032	1,091	1,001
	30	1	1,654	6,543	0,021	8,269	1,597
		2	1,638	6,176	0,014	28,269	3,883
		3	1,649	6,069	0,013	24,821	3,249
	45	1	1,689	12,196	0,033	34,112	5,532
		2	1,641	12,118	0,023	37,908	4,364
		3	1,752	12,965	0,065	37,736	10,717
	60	1	1,715	14,731	0,047	49,106	9,076
		2	1,636	14,125	0,013	47,135	2,631
		3	1,767	14,935	0,048	49,482	8,980
	120	1	1,774	26,401	0,077	61,876	10,198
		2	1,761	25,571	0,061	61,730	8,377
		3	1,855	27,168	0,094	63,429	11,896

	240	1	1,850	34,742	0,092	73,116	10,487
		2	1,953	38,223	0,147	78,329	15,458
		3	1,835	36,998	0,092	75,658	10,261
	480	1	1,888	48,888	0,106	83,396	9,540
		2	1,939	46,668	0,144	84,443	13,393
		3	1,900	45,773	0,110	86,009	10,920
20	15	1	1,715	0,563	0,010	0,331	0,346
		2	1,681	0,710	0,030	1,278	3,238
		3	1,697	0,585	0,020	0,693	1,402
	30	1	1,818	5,552	0,053	0,272	0,144
		2	1,636	6,347	0,005	9,018	0,452
		3	1,755	6,430	0,027	9,857	2,350
	45	1	1,713	7,296	0,028	11,712	2,577
		2	1,747	6,898	0,056	11,222	5,240
		3	1,665	7,089	0,028	11,782	2,763
	60	1	1,785	12,702	0,039	38,025	6,605
		2	1,632	12,147	0,011	38,471	2,209
		3	1,703	12,612	0,017	32,938	2,679
	120	1	1,732	24,655	0,032	44,941	3,323
		2	1,733	25,913	0,029	43,592	2,830
		3	1,829	25,247	0,069	44,864	6,677
	240	1	1,808	36,192	0,054	58,319	4,823
		2	1,921	37,156	0,101	54,629	7,702
		3	1,761	36,447	0,053	50,495	4,200
	480	1	1,659	36,803	0,006	79,421	0,728
		2	1,772	36,080	0,034	78,396	4,119
		3	1,742	36,199	0,027	75,822	3,230
15	15	1	1,688	0,058	0,042	0,142	6,075
		2	1,662	0,094	0,021	0,116	1,528
		3	1,757	0,046	0,054	0,144	9,581
	30	1	1,659	1,774	0,006	0,588	0,110
		2	1,757	1,380	0,027	2,129	2,380
		3	1,745	1,282	0,028	2,058	2,576
	45	1	1,700	5,701	0,018	6,138	1,159
		2	1,700	5,387	0,015	4,874	0,819
		3	1,795	5,426	0,055	16,611	9,373
	60	1	1,773	10,676	0,039	23,724	4,938
		2	1,703	9,944	0,046	27,082	7,418
		3	1,671	9,776	0,016	9,404	0,925

	120	1	1,728	14,874	0,015	13,317	0,802
		2	1,695	14,037	0,036	29,940	4,549
		3	1,711	14,620	0,026	22,147	2,295
	240	1	1,690	33,180	0,036	40,704	2,614
		2	1,676	23,128	0,029	40,585	3,079
		3	1,711	23,731	0,038	53,260	5,037
	480	1	1,715	48,035	0,028	79,264	2,723
		2	1,765	47,205	0,063	79,865	6,088
		3	1,664	44,963	0,027	73,410	2,666

11. Hasil FIR (Fourier Transform Infrared)



Collection time: Sat Dec 10 09:45:56 2016 (GMT+0)

Sat Dec 10 09:46:33 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: Oryzanol Standart

Region: 4000.00

Absolute threshold: 96.600

Sensitivity: 50

Peak list:

Position	Intensity
447.17	84.384
568.54	80.627
601.41	82.535
708.54	82.905
816.19	71.559
845.88	73.514
880.09	82.259
927.66	81.083
976.36	67.334
1039.32	72.252
1120.29	71.134
1160.08	57.096
1207.45	72.381
1266.67	54.388
1374.97	79.682
1428.74	77.000
1462.63	80.175
1513.26	64.409
1588.40	76.822
1604.01	80.536
1634.19	81.616
1682.66	71.243
2866.97	81.180
2941.09	76.176
3286.81	81.207

Spectrum: Oryzanol Standart

Region: 3495.26-455.13

Search type: Correlation

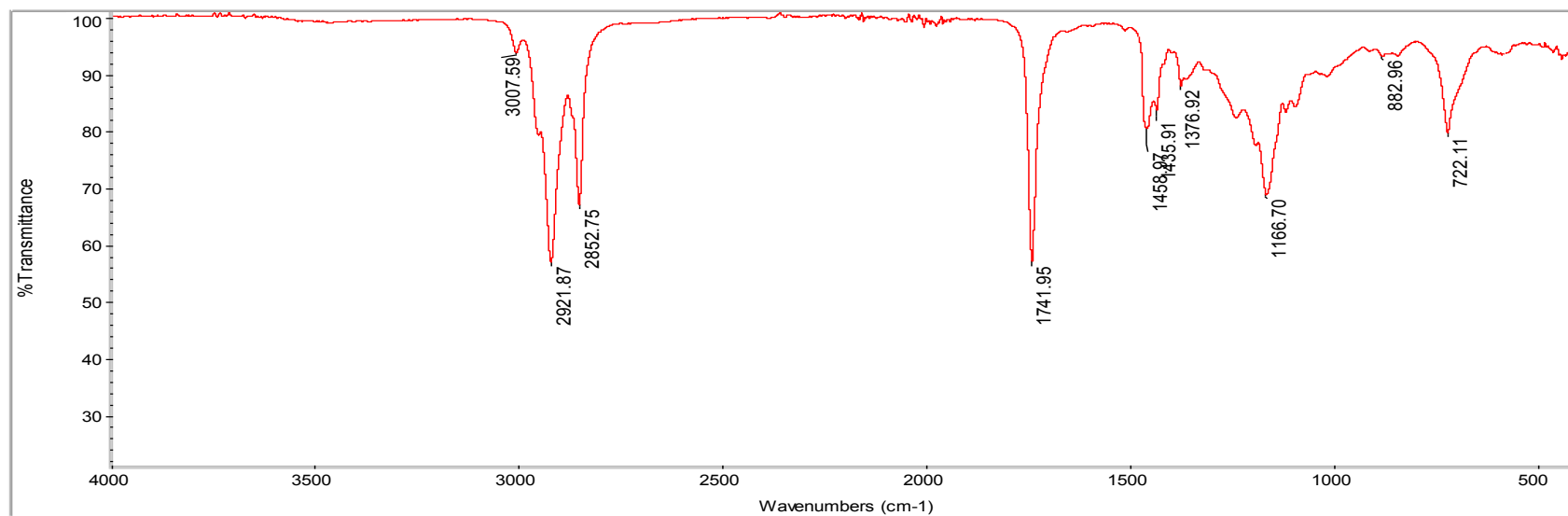
Hit List:

Index	Match	Compound name
7151	53.04	2-Methoxy-4-propylphenol, 99+%
1	52.99	Pinewood pyrolyzate
7154	52.12	4-Ethylguaiacol, 98+%, fcc
7651	51.94	Homovanillyl alcohol, 99%
89	51.27	4-PROPYLPHENOL, 99%
7156	50.50	Eugenol, 99%
105	50.02	BENZOCAINE IN KBR
3	47.75	Pinewood pyrolyzate
7150	45.12	2-Methoxy-4-methylphenol
1157	44.63	Gum guaiac

Library

HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Hummel Polymer and Additives
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
Aldrich Vapor Phase Sample Library
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
Georgia State Crime Lab Sample Library
HR Hummel Polymer and Additives
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

Gambar A.5 Hasil FIR (Fourier Transform Infrared) γ -Oryzanol Standart



Collection time: Sat Dec 10 09:42:26 2016 (GMT+0)

Sat Dec 10 09:43:15 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: Biodiesel
 Region: 4000.00 400.00
 Absolute threshold: 97.854
 Sensitivity: 50

Peak list:

Position	Intensity
405.30	94.250
420.65	91.479
722.11	79.636
882.96	93.162
1166.70	68.705
1376.92	87.818
1435.91	83.608
1458.97	80.434
1741.95	56.908
2852.75	66.937
2921.87	56.872
3007.59	93.764

Spectrum:

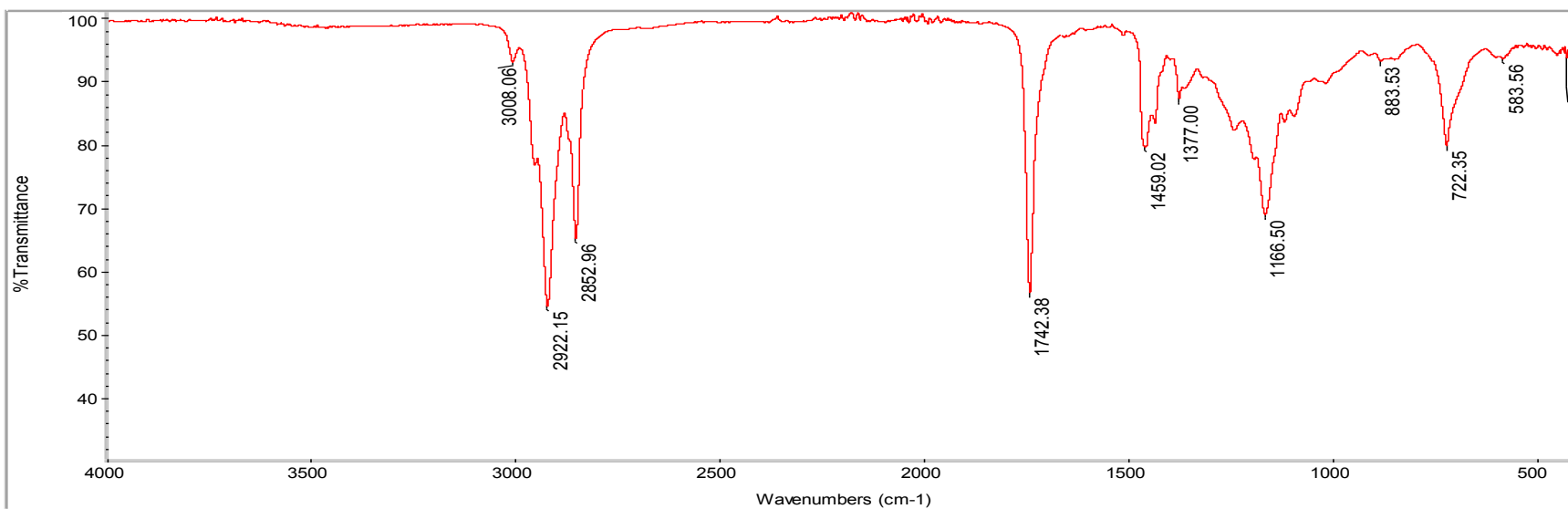
Region: 3495.26-455.13

Search type: Correlation

Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
4052	92.30	Methyl cis-11-eicosenoate, 98%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3800	92.18	Methyl nonadecanoate, 98%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
4050	91.80	cis-Vaccenic acid methyl ester, 98%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3802	91.50	Methyl heneicosanoate, 99%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3792	90.79	Methyl palmitate, 99+%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3791	90.63	Methyl pentadecanoate, 98%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3789	90.53	Methyl myristate 99%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3796	90.16	Methyl heptadecanoate, 99%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3786	90.10	Methyl laurate, 99.5%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
3797	90.10	Methyl stearate, 97%	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

Gambar A.6 Hasil FTIR (*Fourier Transform Infrared*) Biodiesel



Collection time: Sat Dec 10 09:39:20 2016 (GMT+0)

Sat Dec 10 09:40:16 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: DES
Region: 4000.00 400.00
Absolute threshold: 100.563
Sensitivity: 50
Peak list:

Position	Intensity
413.41	92.466
426.84	93.608
583.56	93.437
722.35	79.721
883.53	93.069
1166.50	68.872
1377.00	87.145
1459.02	79.500
1742.38	56.457
2852.96	65.073
2922.15	54.305
3008.06	92.926

Spectrum: DES

Region: 3495.26-455.13

Search type: Correlation

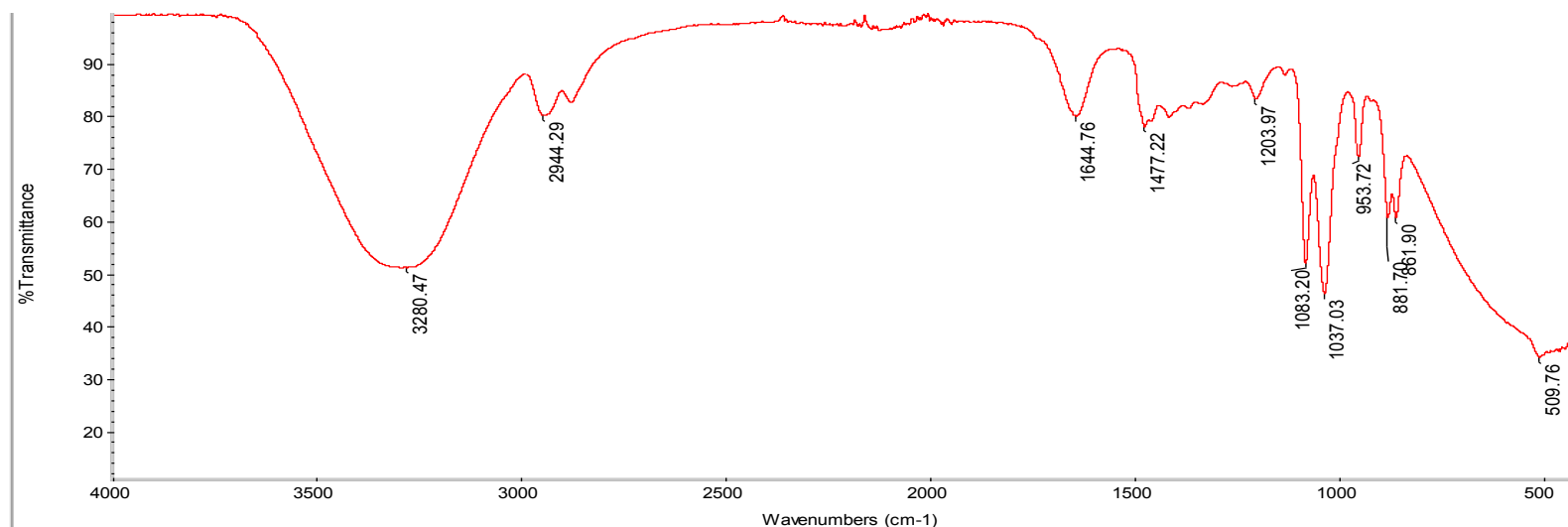
Hit List:

Index	Match	Compound name
4052	93.47	Methyl cis-11-eicosenoate, 98%
3800	93.30	Methyl nonadecanoate, 98%
4050	92.47	cis-Vaccenic acid methyl ester, 98%
3792	92.26	Methyl palmitate, 99+%
3802	92.20	Methyl heneicosanoate, 99%
3791	91.03	Methyl pentadecanoate, 98%
4049	91.03	Methyl cis-9-hexadecenoate, 99%
3789	90.95	Methyl myristate 99%
3797	90.87	Methyl stearate, 97%
3796	90.76	Methyl heptadecanoate, 99%

Library

HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

Gambar A.7 Hasil FTIR (*Fourier Transform Infrared*) DES



Collection time: Thu Dec 08 15:01:31 2016 (GMT+0

Sat Dec 10 09:34:30 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: Ofyzanol

Region: 4000.00 400.00

Absolute threshold: 92.047

Sensitivity: 50

Peak list:

Position	Intensity
509.76	33.832
861.90	60.515
881.70	60.474
953.72	72.100
1037.03	46.002
1083.20	51.713
1203.97	83.129
1477.22	77.924
1644.76	79.856
2944.29	79.991
3280.47	50.948

Spectrum: Ofyzanol

Region: 3495.26-455.13

Search type: Correlation

Hit List:

Index	Match	Compound name
726	71.92	Ethylene glycol, 99+%
2115	68.08	N-Methyldiethanolamine, 99%
9	67.49	Ethylene Glycol (Transmission Cell)
979	63.55	2-Fluoroethanol, 95%
244	63.17	Ethylene glycol
247	60.66	2-Fluoroethanol
1228	58.28	Triethanolamine
1812	57.79	Triethanolamine
2116	54.98	N-Ethyldiethanolamine, 98%
2118	54.10	Triethanolamine, 98%

Library

HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

User Example Library

HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

HR Nicolet Sampler Library

HR Nicolet Sampler Library

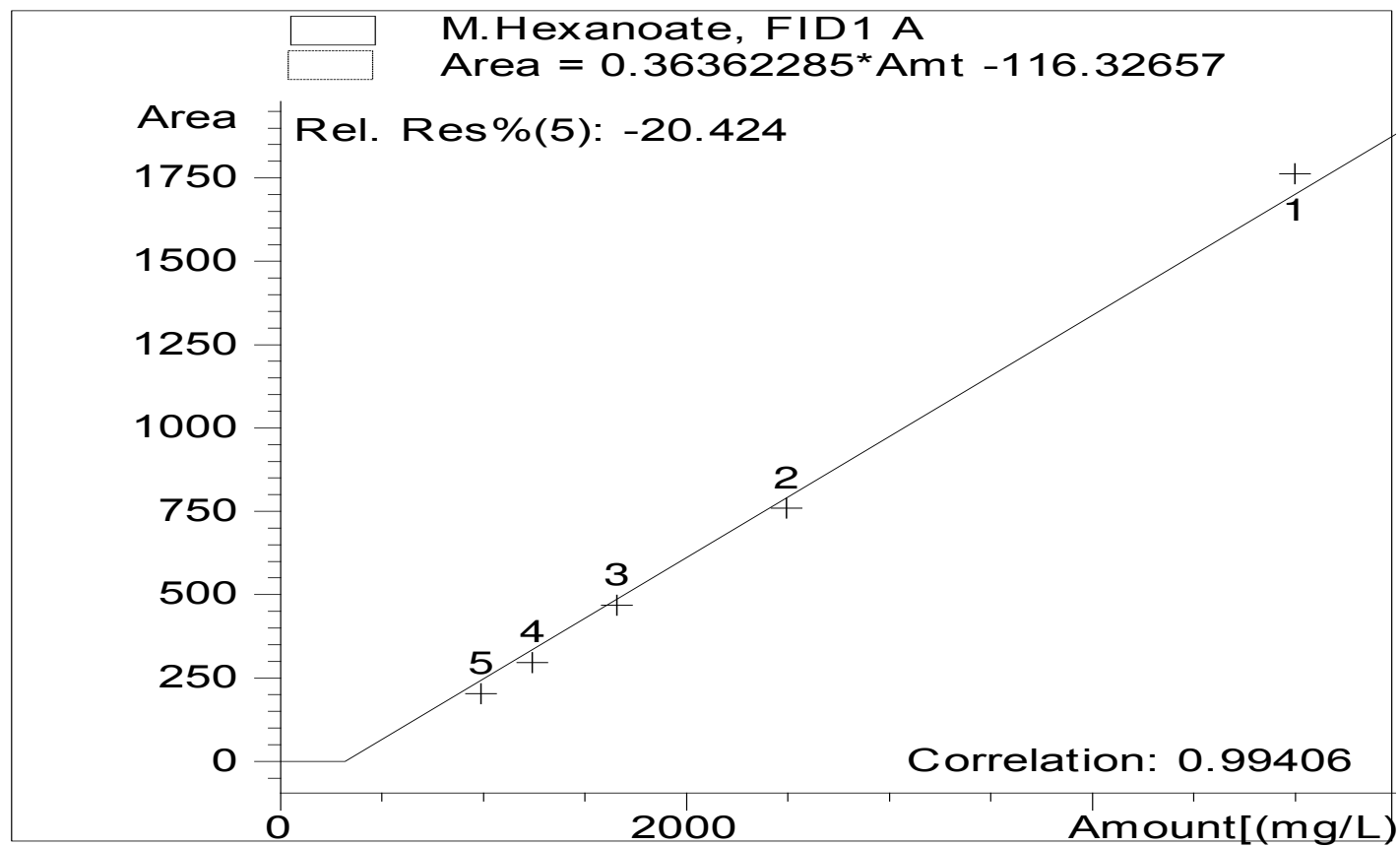
HR Hummel Polymer and Additives

HR Hummel Polymer and Additives

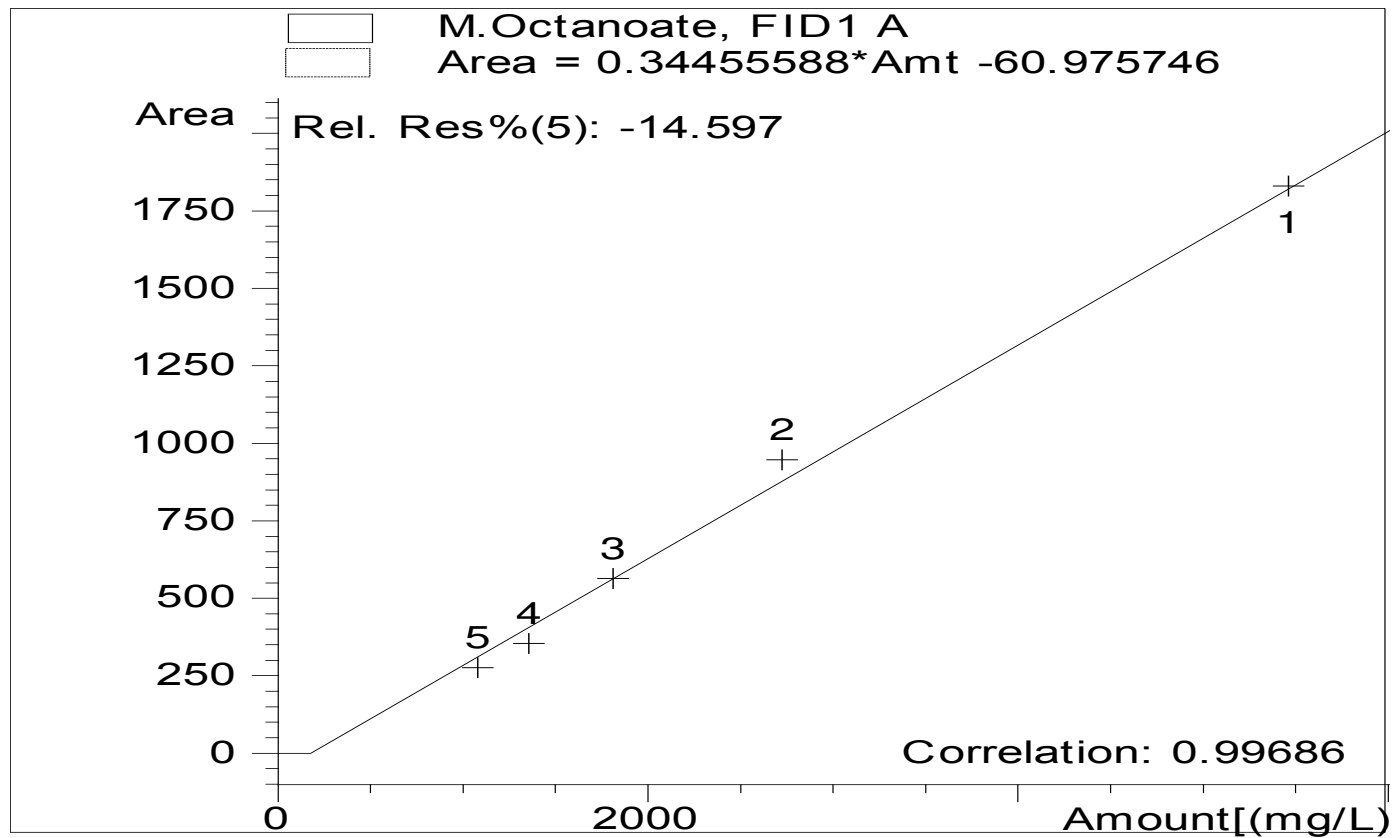
HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

HR Aldrich FT-IR Collection Edition II

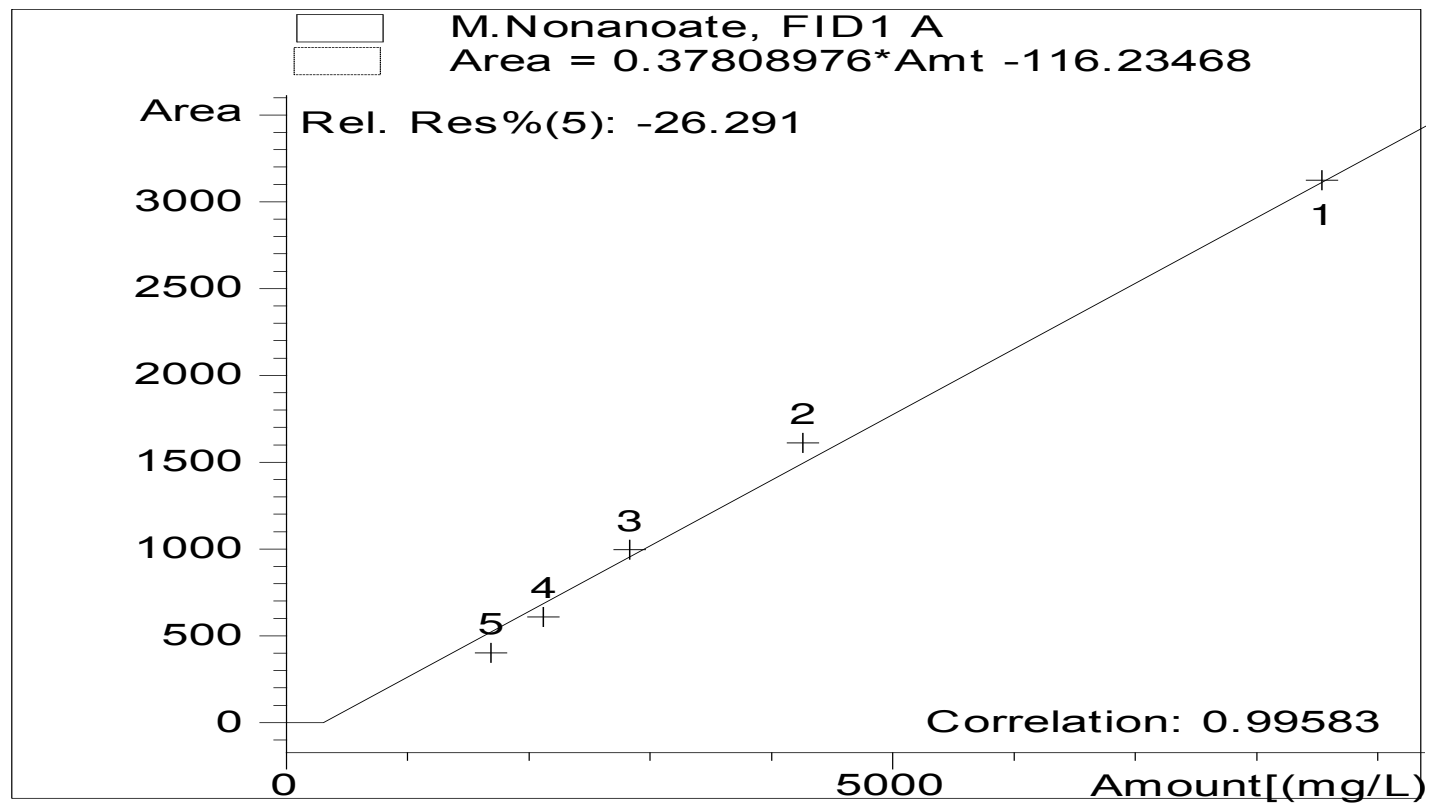
Gambar A.8 Hasil FTIR (*Fourier Transform Infrared*) γ -Oryzanol hasil Ekstraksi selama 480 menit suhu 30°C



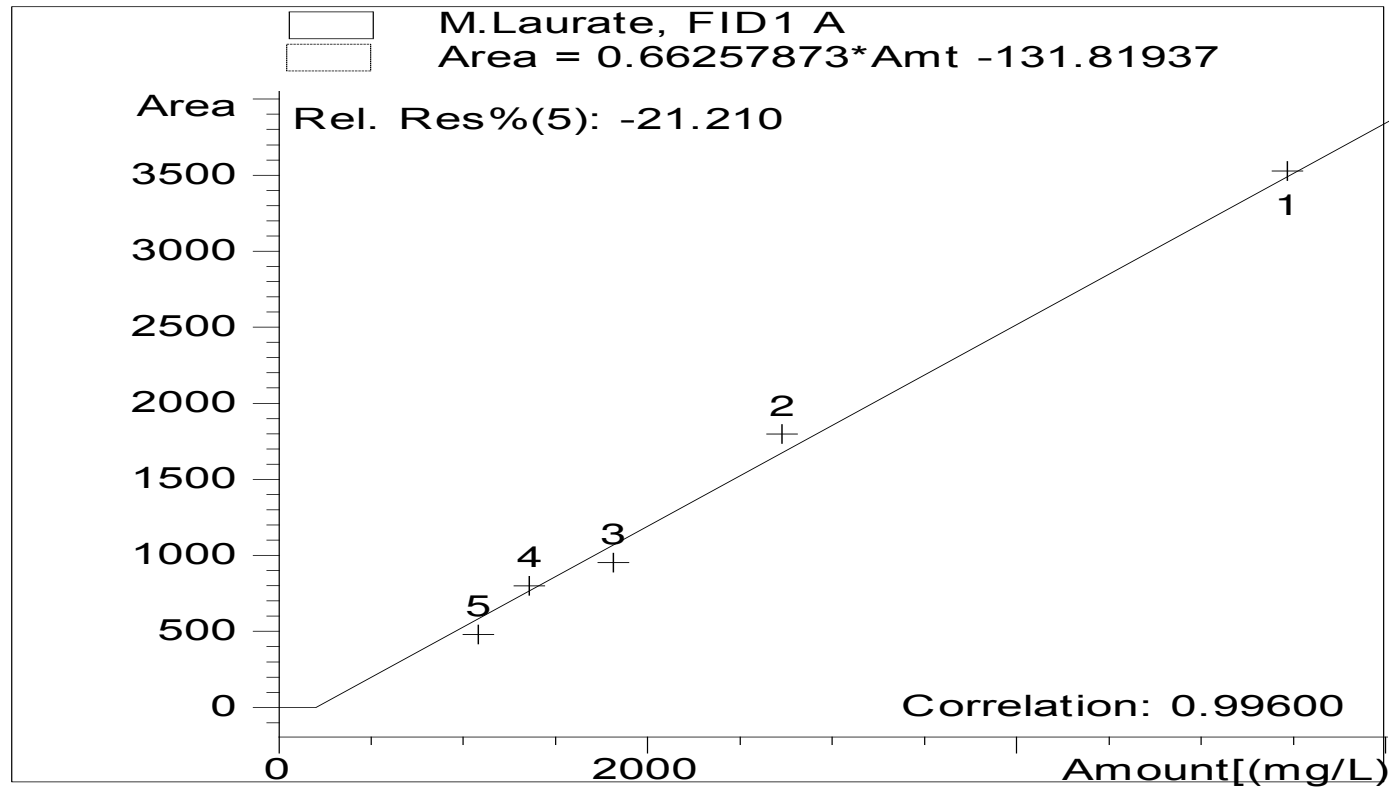
Gambar A.9 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Hexanoate*



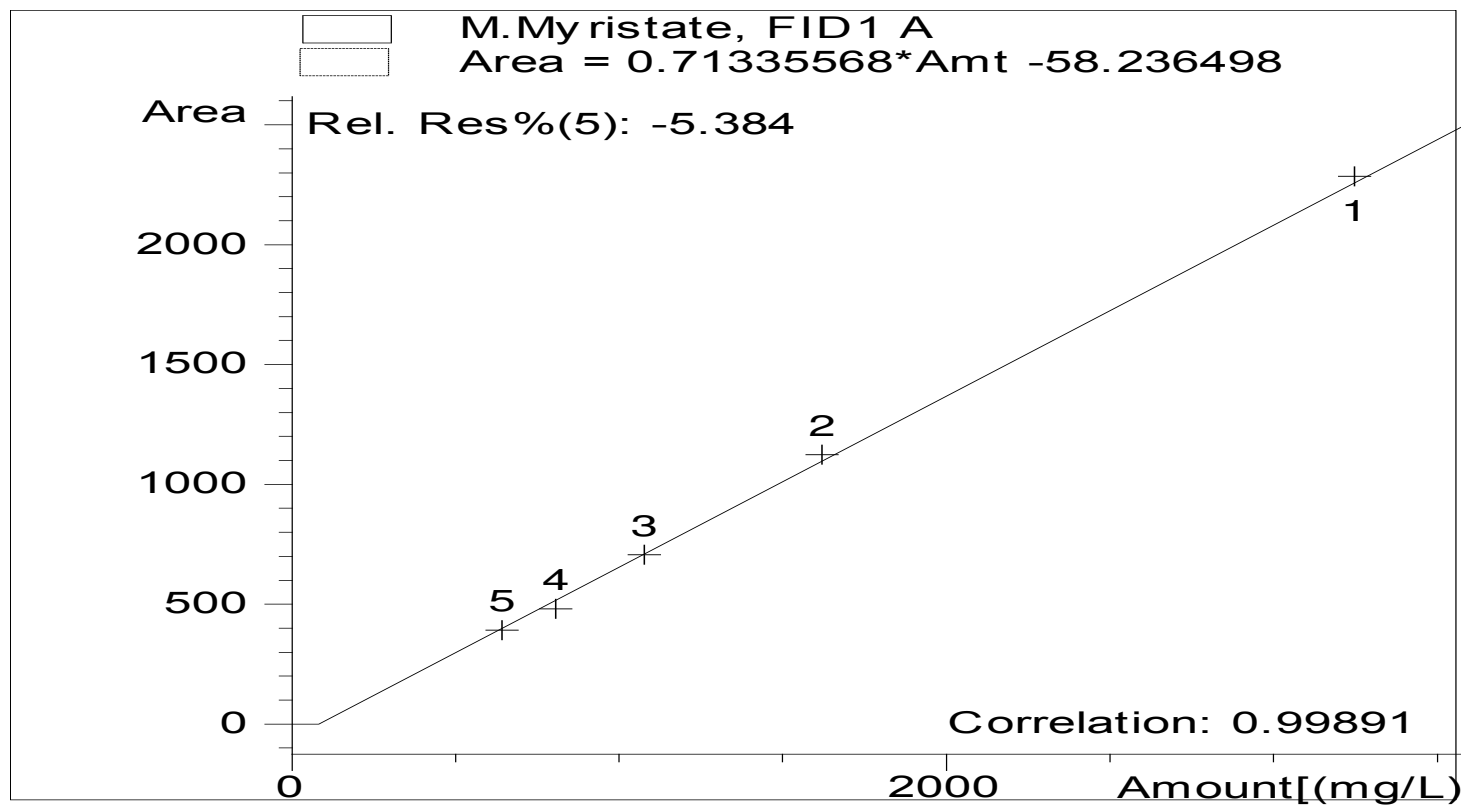
Gambar A.10 Standart GC (Gas-Chromatography) untuk Methyl Octanoate



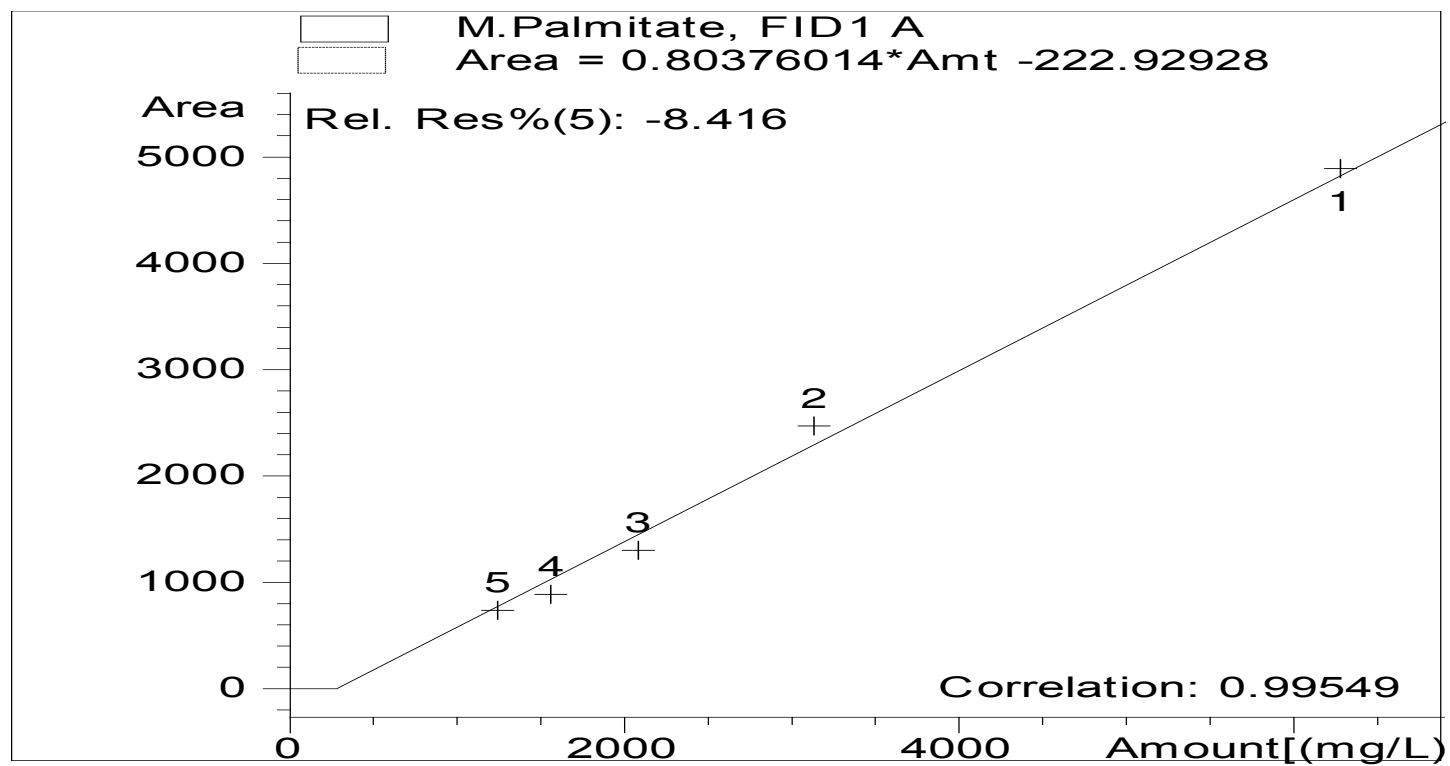
Gambar A.11 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Nonanoate*



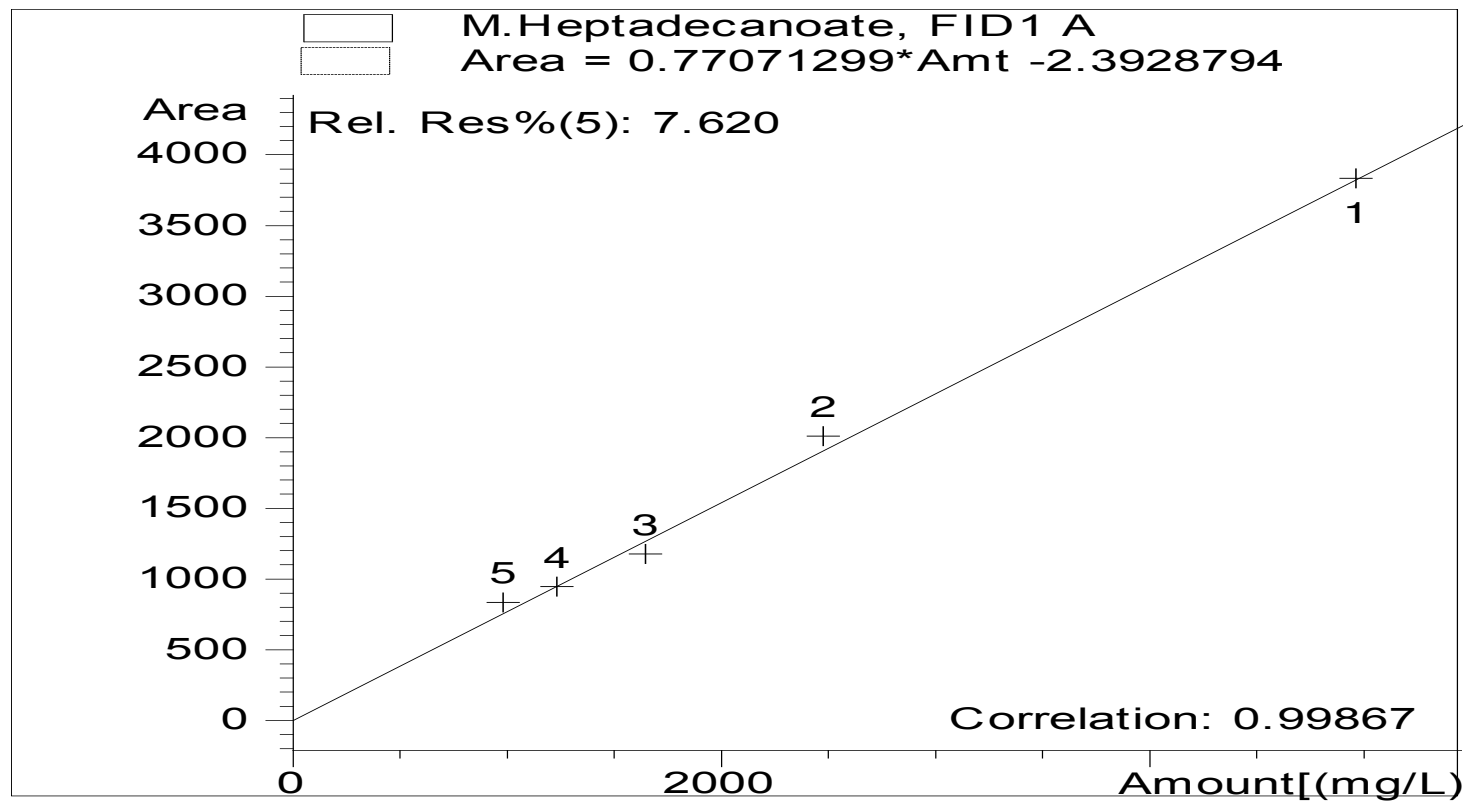
Gambar A.12 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Laurate*



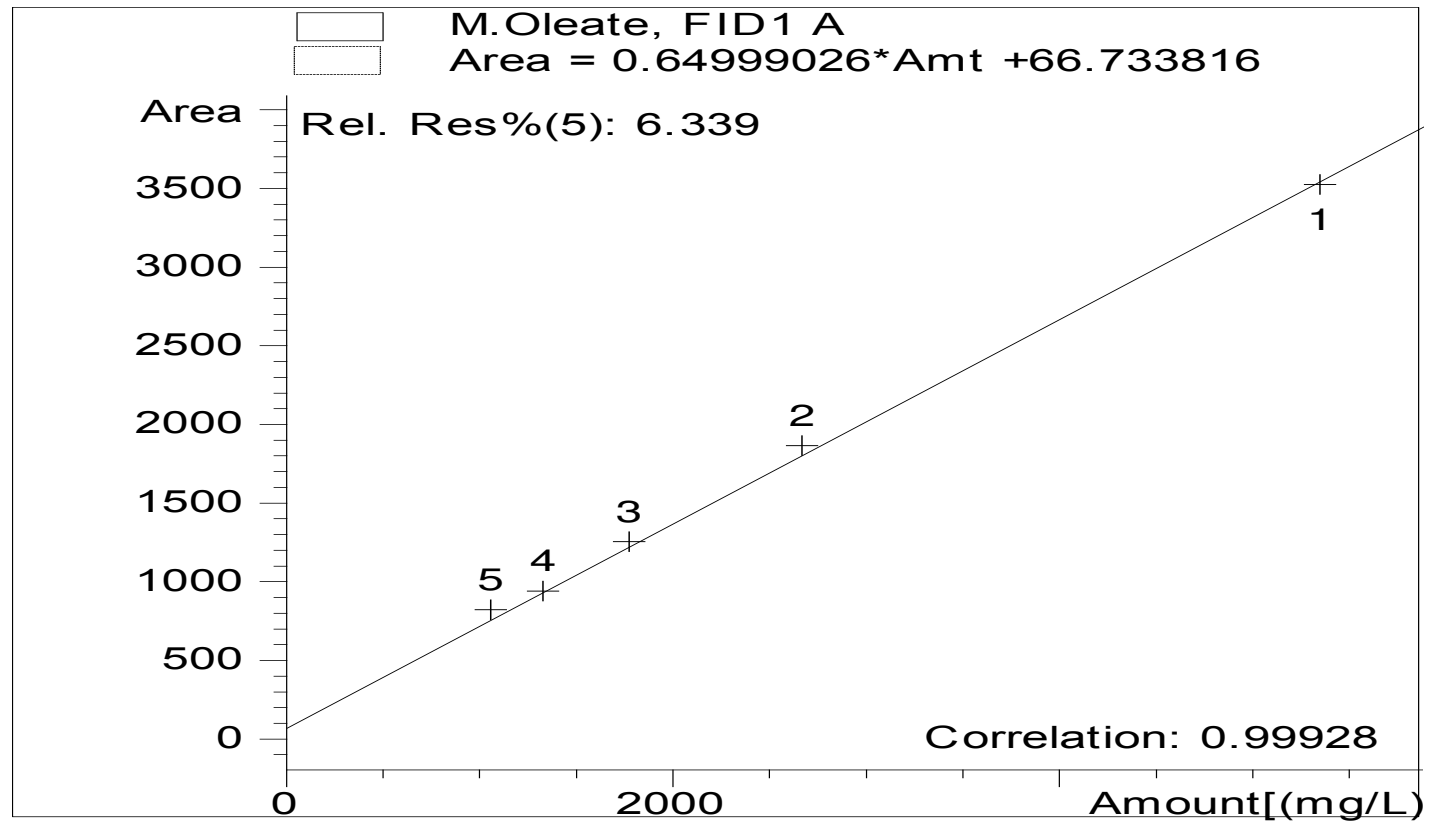
Gambar A.13 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Ristate*



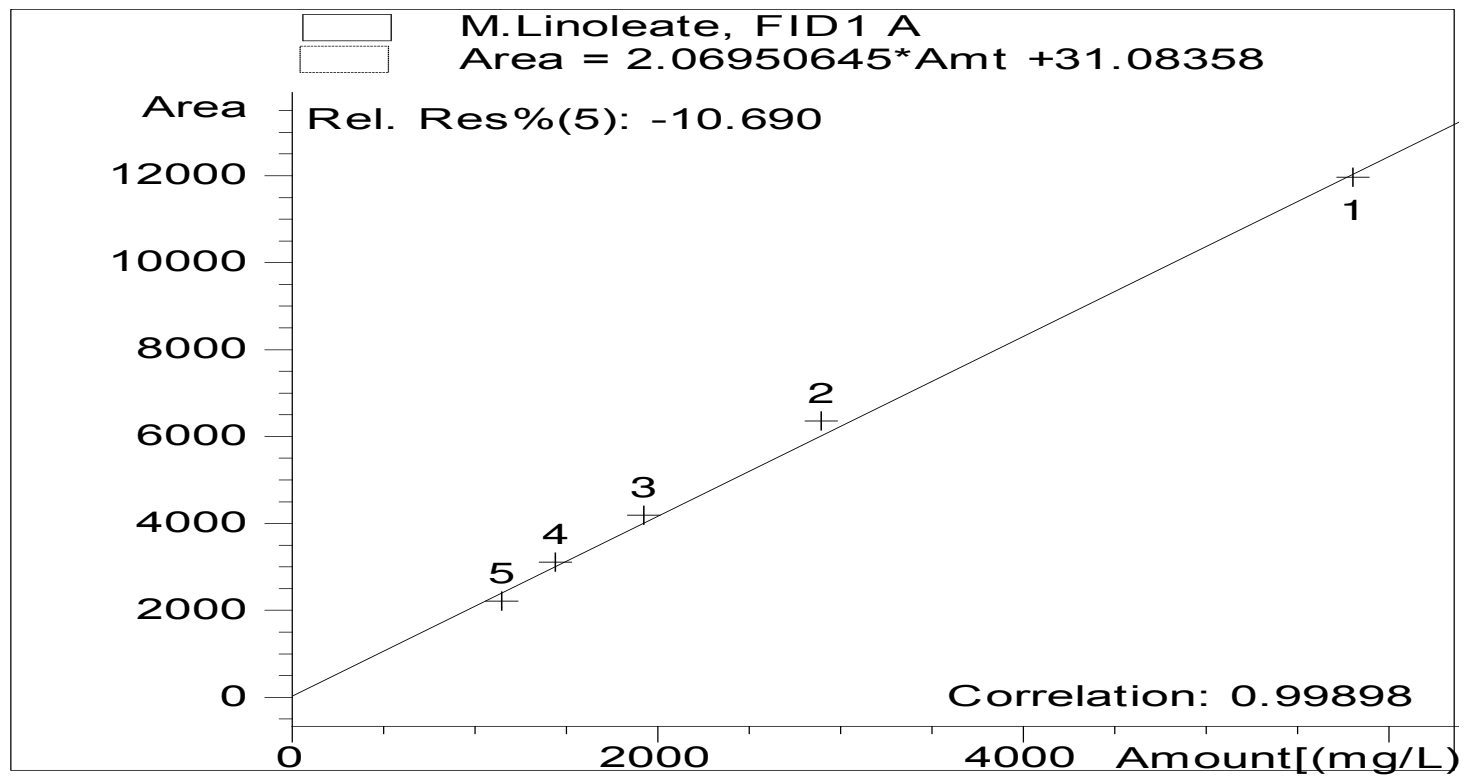
Gambar A.14 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Palmitate*



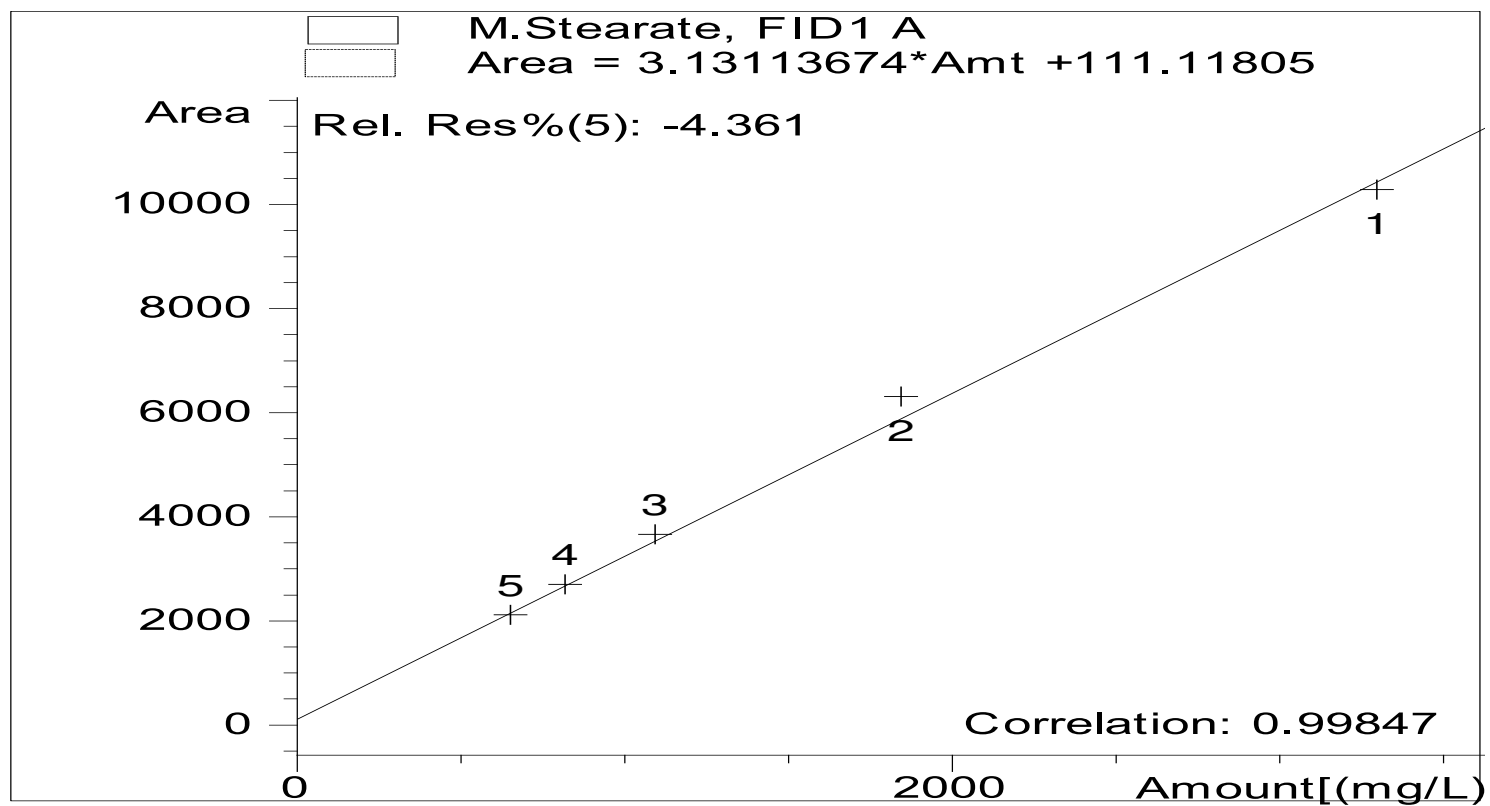
Gambar A.15 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Heptadecanoate*



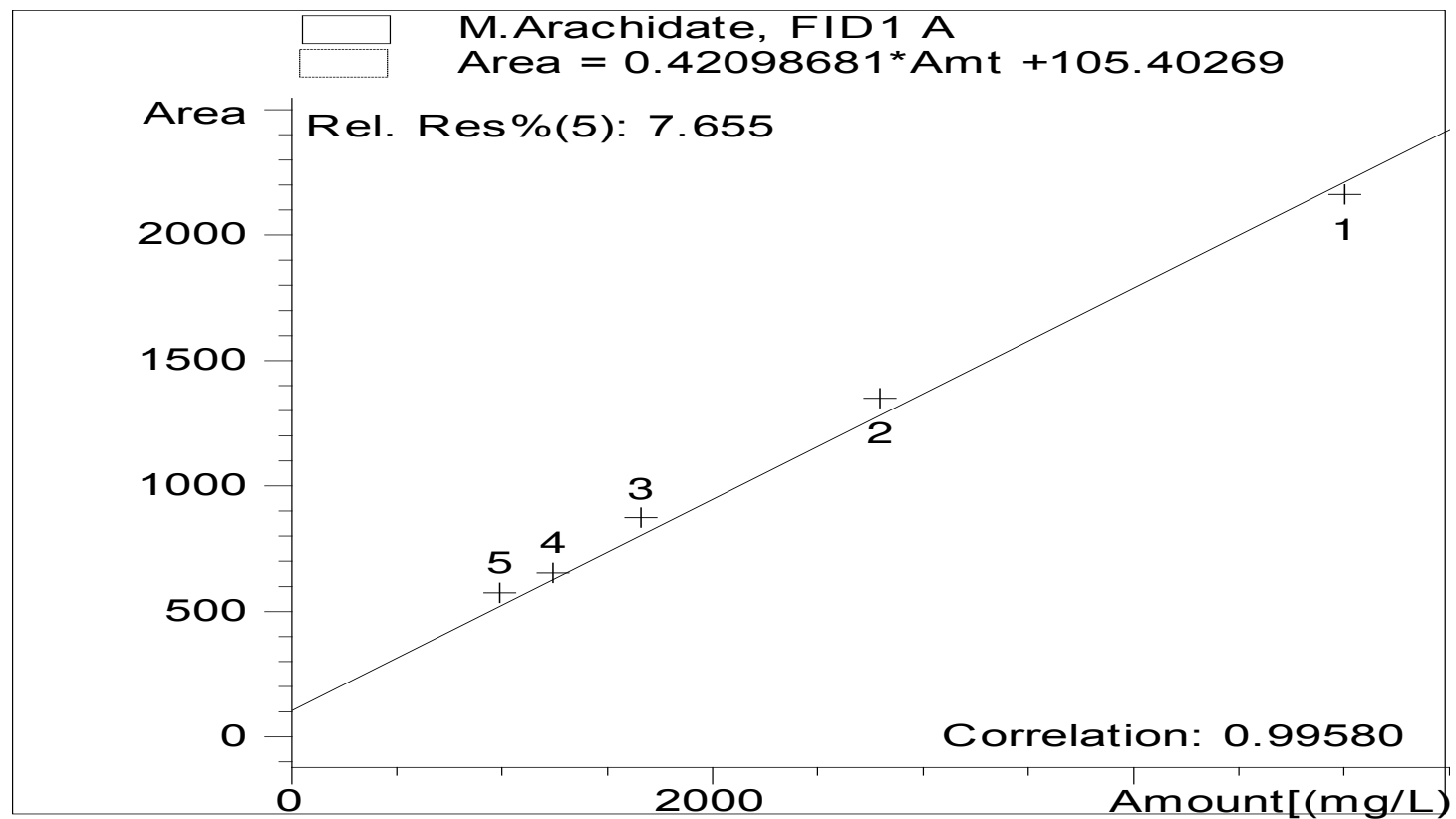
Gambar A.16 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl leat*



Gambar A.17 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk Methyl Linoleat



Gambar A.18 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk Methyl Stearat



Gambar A.19 Standart GC (*Gas-Chromatography*) untuk *Methyl Archidate*

Halaman Ini Sengaja Di Kosongkan



BIOGRAFI PENULIS

Penulis yang bernama lengkap Dian Aprilia Ratnasari, biasa dipanggil Dian dilahirkan di Mojokerto, 10 April 1993 merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal dimulai dari SD Negeri Kranggan 1 Mojokerto, SMPN 8 Mojokerto, SMA Negeri 1 Mojokerto. Setelah lulus dari SMA Negeri 1 Mojokerto, penulis meneruskan pendidikan di D3 Teknik Kimia ITS dan lulus pada tahun 2014. Setelah itu, penulis menempuh pendidikan di S1 Teknik Kimia ITS melalui program Lintas Jalur dengan NRP 2314105020. Pada jurusan Teknik Kimia penulis mengambil Bidang Studi Biomassa dan Konversi Energi. Penulis telah menyelesaikan tugas pra desain pabrik dengan judul “Pra Desain Pabrik Margarin dari Kacang Tanah dengan Proses Hidrogenasi” dan skripsi dengan judul “Ekstraksi γ -Oryzanol Based Biodiesel dengan Menggunakan Deep Eutectic Solvent” menjadikan penulis sebagai Sarjana Teknik. Penulis dengan motto “never stop dreaming”